



Skripsi

**PENGARUH SUHU SINTERING TERHADAP MEMBRAN RAPAT
ASIMETRIS PEROVSKIT $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ YANG
DISIAPKAN DENGAN METODE INVERSI FASA**

**RIFKA ETRIANA
NRP. 1413100015**

**Dosen Pembimbing 1
Hamzah Fansuri, S.Si, M.Si, Ph.D**

**Dosen Pembimbing 2
Ir. Endang Purwanti S., M. T**

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



Script

**THE EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE ON THE
 $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_{3-\delta}$ PEROVSKITE ASYMMETRIC MEMBRANE
WHICH WAS PREPARED BY PHASE INVERSION METHOD**

**RIFKA ETRIANA
NRP. 1413100015**

**Supervisor 1
Hamzah Fansuri, S.Si, M.Si, Ph.D.**

**Supervisor 2
Ir. Endang Purwanti S., M. T.**

**DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

**PENGARUH SUHU SINTERING TERHADAP
MEMBRAN RAPAT ASIMETRIS PEROVSKIT
 $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ YANG DISIAPKAN DENGAN
METODE INVERSI FASA**

SKRIPSI

Disusun sebagai syarat untuk menyelesaikan program S-1
Di Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu
Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya

Oleh :

RIFKA ETRIANA
NRP. 1413 100 015

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN

**PENGARUH SUHU SINTERING TERHADAP
MEMBRAN RAPAT ASIMETRIS PEROVSKIT
 $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ YANG DISIAPKAN DENGAN
METODE INVERSI FASA**

SKRIPSI

Oleh :

RIFKA ETRIANA

NRP. 1413 100 015

Surabaya, 2 Agustus 2017

Menyetujui,

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II



Hamzah Fansuri, Ph.D.

NIP. 19691017 199412 1 001



Ir. Endang Purwanti S., M.T.

NIP. 19560110 19850 2 001

Mengetahui,

Kepala Departemen Kimia



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.

NIP. 19710616 199703 1 002

**PENGARUH SUHU SINTERING TERHADAP
MEMBRAN RAPAT ASIMETRIS PEROVSKIT
 $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ YANG DISIAPKAN DENGAN
METODE INVERSI FASA**

Nama : Rifka Etriana
NRP : 1413 100 015
Departemen : Kimia
Pembimbing 1 : Hamzah Fansuri, Ph.D.
Pembimbing 2 : Ir. Endang Purwanti S., M.T.

ABSTRAK

Membran rapat asimetris $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF 6428) telah disintesis dari oksida perovskit $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ yang dibuat dengan metode *solid state*. Membran dengan struktur asimetris diperoleh dari proses inversi fasa rendam-endap dan tahap sintering dengan polietersulfon sebagai polimer perekat (*binder*), DMSO sebagai pelarut dan aqua-DM sebagai non-pelarut. Suhu sintering sangat mempengaruhi morfologi akhir membran rapat asimetris. Suhu sintering yang digunakan yaitu 950°C, 1100°C dan 1250°C serta waktu penahanan selama 4 jam dan 8 jam. Fasa kristal LSCF 6428 dianalisa dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan menunjukkan kesesuaian dengan data standar *International Center Diffraction Data* oksida perovskit LaCoO_3 . Foto *Scanning Electron Microscope* (SEM) menunjukkan bahwa telah terbentuk membran berstruktur asimetris dengan lapisan rapat dan lapisan berpori memanjang (*finger like*). Kekerasan membran yang diukur dengan *Micro Vickers Hardness* menunjukkan bahwa membran dengan suhu sintering 1250°C memiliki kekerasan antara 278,9 sampai

488,9 Hv serta menghasilkan membran yang keras dan tidak rapuh. Semakin tinggi suhu sintering membran semakin meningkat pula kerapatan dan kekerasan membran. Selain itu suhu yang lebih tinggi juga menyebabkan penyusutan yang semakin besar dan volume pori yang semakin kecil. Koefisien muai panas membran yang diukur dengan *Thermal Mechanical Analysis* (TMA) membran yang di sinter pada suhu 950°C memiliki koefisien muai panas paling tinggi dibandingkan dengan yang disinter pada 1250°C dan 1100°C. Selain itu, hasil analisis dengan TMA menunjukkan bahwa pada suhu tertentu, membran mengalami penyusutan yang diperkirakan karena terjadi sintering pada membran.

Kata kunci : Oksida perovskit, $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$, inversi fasa rendam-endap, membran asimetris, suhu sintering.

**THE EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE ON
THE $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ PEROVSKIT
ASYMMETRIC MEMBRANE WHICH WAS
PREPARED BY PHASE INVERSION METHOD**

Name : Rifka Etriana
NRP : 1413 100 015
Department : Chemistry
Supervisor 1 : Hamzah Fansuri, Ph.D.
Supervisor 2 : Ir. Endang Purwanti S., M. T.

ABSTRACT

$\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF 6428) dense membrane have been synthesized from LSCF 6428 perovskite oxide that was prepared by solid state method. Membrane with asymmetric structure was obtained from phase inversion method and sintering technique with polyethersulfone as polymer binder, DMSO as solvent and aqua-DM as non-solvent. The sintering temperature has significant effect on the morphology of asymmetric dense membrane. These asymmetric dense membrane was sintered at 950°C, 1100°C and 1250°C with holding time 4 hours and 8 hours. Crystal phase of LSCF 6428 was characterized using *X-Ray Diffraction* (XRD) and the result compatible with standard data of International Center Difrraction Data of LaCoO_3 perovskit oxide. Scanning Electron Microscope (SEM) photographs shows that dense layers and finger-like layers asymmetric dense membrane has been formed. Membrane hardness that measured with *Micro Vickers Hardness* show that membrane with sintering temperature 1250°C have hardness value about 278,9 to 488,9

Hv and also obtained strong and not fragile membrane. The higher sintering temperature of membrane increase its density and hardness. Moreover, the higher sintering temperature also lead to increase the shrinkage and decrease pore volume. Thermal expansion coefficient of membrane measured with *Thermal Mechanical Analysis* (TMA). Membrane that sintered at temperature 950°C have the highest thermal expansion coefficient compared to the others. Moreover, *Thermal Mechanical Analysis* (TMA) result show that at certain temperature membrane was shrink which is expected due to sintering.

Keywords : Perovskite oxide, $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_{3-\delta}$, *solid state*, phase inversion, asymmetrics membrane, sintering temperature.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil'alamin. Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga naskah Skripsi berjudul **“Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Membran Rapat Asimetris Perovskit $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ yang Disiapkan dengan Metode Inversi Fasa”** dapat diselesaikan dengan baik. Pada kesempatan ini, penulis sangat berterima kasih kepada :

1. Hamzah Fansuri, M.Si, Ph.D., selaku Dosen Pembimbing I yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah Skripsi ini
2. Ir. Endang Purwanti S., M.T. selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah Skripsi ini.
3. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc., selaku Kepala Departemen Kimia dan Dosen Wali atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah Skripsi ini dapat terselesaikan.
4. Dr. Djoko Hartanto, M. Si., selaku Kepala Laboratorium Kimia Material dan Energi yang telah membantu secara administrasi dalam penyusunan Skripsi ini.
5. Kedua orang tua saya yang selalu memberikan semangat, dukungan dan doa untuk saya.
6. Teman-teman dekat saya Annisa Tria A, Mutya Sandei S, Luvita Endah D.P, Luthfi K. N dan M. Hasnan Habib atas bantuan dan dukungannya.
7. Teman-teman Kimia angkatan 2013 ANORTHITE atas bantuan, semangat dan doanya.

8. Semua pihak yang telah membantu yang tidak mungkin saya sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penulisan naskah Skripsi ini tidak lepas dari kekurangan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun untuk dapat meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut. Semoga Skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 20 Juli 2017

Penulis

DAFTAR ISI

- HALAMAN JUDUL	i
- LEMBAR PENGESAHAN.....	iv
- ABSTRAK	v
- ABSTRACT	vii
- KATA PENGANTAR.....	ix
- DAFTAR ISI	xi
- DAFTAR GAMBAR	xiv
- DAFTAR TABEL	xvi
- DAFTAR LAMPIRAN	xvii
- BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Permasalahan	4
1.3 Batasan Masalah	5
1.4 Tujuan	5
- BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Perovskit	7
2.1.1 Oksida perovskit	7
2.1.2 Sifat-sifat oksida perovskit.....	8
2.1.3 Perovskit $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_y\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF)	9
2.2 Membran	10
2.3 Sintesis Oksida Perovskit dam Membran Asimetris...	12

2.3.1 Metode Sintesis Oksida Perovskit LSCF	12
2.3.2 Metode Pembuatan Membran Rapat Asimetris ...	13
2.4 Faktor-faktor yang mempengaruhi morfologi.....	15
2.4.1 Pemilihan pelarut atau non-pelarut	16
2.4.2 Konsentrasi polimer	16
2.4.3 Komposisi bak koagulan	17
2.4.4 Komposisi larutan polimer/ <i>casting</i>	17
2.5 Sintering.....	17
2.6 Karakterisasi	19
2.6.1 Difraksi Sinar-X (<i>X-Ray Diffraction</i> atau XRD) .	19
2.6.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)	20
2.6.3 <i>Thermal Gravimetric Analysis</i> (TGA) – <i>Differential Scanning Calorimetry</i> (DSC)	22
2.6.4 <i>Thermal Mechanical Analysis</i> (TMA)	24
2.6.5 <i>Vickers Microhardness</i> (Uji Kekerasan).....	25
- BAB III METODOLOGI PENELITIAN	27
3.1 Alat dan Bahan.....	27
3.1.1 Alat.....	27
3.1.2 Bahan	27
3.2 Cara Kerja	28
3.2.1 Sintesis Oksida Perovskit $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{CO}_{0,2}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_{3-\delta}$	28
3.2.2 Preparasi Membran Rapat Asimetris LSCF 6428..	29

3.2.3 Karakterisasi Membran Rapat Asimetris Perovskit LSCF 6428	30
3.2.3.1 Analisa XRD	30
3.2.3.2 Analisa SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	31
3.2.3.3 Analisa TGA-DSC	31
3.2.3.4 Analisa <i>Thermal Mechanical Analysis</i> (TMA)	31
3.2.3.5 Analisa Kekerasan Membran Rapat Asimetris LSCF 6428	31
- BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	33
4.1 Sintesis Oksida Perovskit $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{CO}_{0,2}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_{3-\delta}$	33
4.2 Preparasi Membran Rapat Asimetris LSCF 6428.....	36
4.3 Membran Rapat Asimetris LSCF 6428.....	40
4.4 Pengujian Kekerasan Membran	47
4.5 Koefisien Muai Panas Membran Rapat Asimetris LSCF 6428	48
- BAB V KESIMPULAN	51
5.1 Kesimpulan	51
5.2 Saran	52
- DAFTAR PUSTAKA.....	53
- LAMPIRAN.....	59
- BIODATA PENULIS.....	75

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur ideal dari oksida perovskit yang digambarkan untuk ABO_3 (Feng dkk., 2008)	7
Gambar 2.2 Proses pemisahan dengan membran (Mulder, 1992).....	11
Gambar 2.3 Penampang Membran Simetris dan Asimetris (Mulder, 1992).....	12
Gambar 2.4 Skema pertukaran pelarut dan non-pelarut dengan metode inversi fasa rendam endap (Lalia dkk., 2013).....	15
Gambar 2.5 Skema Proses Sintering (West, 1984).....	18
Gambar 2.6 Difaksi Sinar-X (West,1984).	20
Gambar 2.7 Foto SEM dari permukaan membran LSCF 6428 yang disintering pada suhu 1300°C selama (A) 2 jam; (B) 4 jam; (C) 6 jam dan (D) 8 jam (Tan dkk., 2010).....	21
Gambar 2.8 TGA-DSC LSCF 6428 (Fakhrabadi dkk., 2015).	23
Gambar 2.9 Koefisien muai panas linier dari $\text{La}_{0,6-z}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ pada suhu 700°C dan 1000°C sebagai fungsi kekurangan sisi A (z) (Kostogloudis dkk., 1999).	25
Gambar 2.10 Bentuk indentasi dari uji vickers microhardness (Callister, 2007).	26
Gambar 3.1 Skema kalsinasi oksida perovskit	29
Gambar 4.1 Campuran bahan baku LSCF 6428 : (a) sebelum kalsinasi dan (b) setelah kalsinasi.....	35
Gambar 4.2 Difraktogram sinar-X LSCF 6428	36
Gambar 4.3 Membran mentah hasil proses inversi fasa rendam endap.....	39

Gambar 4.4 Foto SEM membran mentah (A) lapisan rapat, (B) lapisan berpori , (C) penampang melintang	39
Gambar 4.5 Data TGA membran mentah asimetris LSCF 6428	40
Gambar 4.6 Membran yang telah disinter pada suhu (a) 950°C; (b) 1100°C dan (c) 1250°C.....	42
Gambar 4.7 Foto SEM membran asimetris LSCF 6428 setelah disinter dengan variasi suhu : (A) 950°C selama 4 jam; (B) 1100°C selama 4 jam; (C) 1250°C selama 4 jam; (D) 950°C selama 8 jam; (E) 1100°C selama 8 jam. (1) lapisan berpori; (2) lapisan rapat; (3) penampang melintang.	45
Gambar 4.8 Hasil TMA membran asimetris LSCF 6428	50

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Perhitungan Massa Sintesis Perovskit LSCF 6428	29
Tabel 3.2 Variasi suhu sintering membran rapat asimetris LSCF 6428.....	30
Tabel 4.1 Penyusutan Membran Rapat Asimetris Setelah Sintering.....	46
Tabel 4.2 Hasil Pengukuran Volume Pori Membran Asimetris LSCF 6428.....	47
Tabel 4.3 Nilai Kekerasan Membran Rapat Asimetris LSCF 6428	48
Tabel 4.4 Nilai Koefisien Muai Panas Membran Asimetris LSCF 6428	49

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A Skema Kerja	59
LAMPIRAN B Perhitungan.....	61
LAMPIRAN C Hasil Karakterisasi XRD LSCF 6428.....	66
LAMPIRAN D Thermogram TGA/DSC Membran Mentah LSCF 6428	69
LAMPIRAN E Thermomechanical Analysis (TMA).....	71
LAMPIRAN F Micro Vickers Hardness	73

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dalam dua dekade ini, teknologi membran telah banyak digunakan pada berbagai bidang karena memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan metode pemisahan yang lain yaitu kebutuhan energinya relatif rendah, proses pemisahan dapat dilaksanakan secara berkesinambungan serta dapat dipadukan dengan teknologi pemisahan lainnya. Salah satu membran yang banyak dikembangkan adalah membran keramik anorganik berbasis pada oksida-oksida penghantar campuran ion dan elektron atau yang biasa disebut *Mixed ionic-electronic conducting* (MIEC) seperti oksida perovskit. Membran tersebut banyak dikembangkan karena memiliki potensi pada aplikasi seperti pemisahan oksigen dari udara, bahan bakar oksigen dan oksidasi parsial metana (Zen dkk., 2007).

Konversi gas metana menjadi bahan bakar cair dapat dilakukan menggunakan membran berbasis penghantar ion-ion oksigen (MIEC). Hal itu dikarenakan membran tersebut memiliki kemampuan untuk menyediakan oksigen dalam jumlah terbatas yang sesuai untuk terjadinya reaksi oksidasi parsial sekaligus mengkatalisis reaksi oksidasi dari hidrokarbon. Dengan kemampuan tersebut, membran MIEC berpotensi untuk dapat digunakan sebagai katalis pembuatan hidrokarbon cair dari gas metana yang membutuhkan kontrol oksigen yang ketat. Oksidasi metana secara parsial lebih menguntungkan dibandingkan dengan metode lainnya karena

hanya membutuhkan energi yang relatif rendah (Valderrama dkk., 2008).

Dalam reaksi oksidasi parsial metana aliran oksigen dapat dikontrol oleh membran penghantar ion oksigen, sehingga diperoleh jumlah oksigen yang sesuai untuk mengoksidasi parsial metana. Salah satu hasil dari oksidasi parsial metana adalah *syn gas* yaitu campuran gas H_2 dan CO dengan perbandingan 2 : 1. Salah satu material yang dapat menghantarkan ion oksigen adalah membran oksida perovskit sehingga banyak digunakan sebagai membran pemisah oksigen serta digunakan dalam reaktor untuk memproduksi *syngas* (Lee dkk., 2002).

Oksida-oksida perovskit yang memiliki rumus umum $ABO_{3-\delta}$ merupakan material yang sangat berpotensi karena memiliki stabilitas dan konduktivitas ion/elektron yang tinggi (Wang dkk., 2009). Oksida perovskit dapat digunakan sebagai membran penghantar ion oksigen karena dapat melepaskan oksigen kisinya secara reversibel tanpa menyebabkan perubahan struktur yang berarti sampai tingkat tertentu dan hanya membentuk kekosongan oksigen dalam kisi. Kekosongan kisi tersebut dapat diisi kembali melalui rekasi oksidasi-reduksi internal. Karena sumber oksigen adalah dari kisi, maka hantaran ion oksigen tersebut sangat selektif, sehingga tidak ada peluang bagi gas atau molekul lain yang dapat melalui membran oksida perovskit tersebut (Maulidah dan Fansuri., 2010). Membran yang tidak rapat memungkinkan adanya perpindahan molekul oksigen melalui pori-pori atau celah, sehingga dapat menurunkan selektivitas membran. Oleh sebab itu, membran perovskit harus dibuat rapat (Utami dan Fansuri., 2014).

Masalah yang sering dihadapi dalam aplikasi membran adalah fluks permeasi oksigen. Fluks permeasi oksigen dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu jenis perovskit, ketebalan membran serta luas permukaan. Membran yang tebal dan yang memiliki luas permukaan rendah akan memiliki fluks permeasi oksigen yang kecil. Sebaliknya, bila membran semakin tipis dan semakin luas permukaannya maka fluks permeasi oksigennya akan semakin tinggi pula. Namun, semakin tipis, semakin rapuh membrannya sehingga dikembangkanlah membran asimetris yang memiliki lapisan rapat yang tipis dan terdukung oleh lapisan berpori yang jauh lebih tebal. Keberadaan lapisan pendukung berpori ini akan memberikan tambahan kekuatan mekanik pada membran rapat (Ren dkk., 2010).

Salah satu metode untuk membuat membran asimetris adalah menggunakan metode inversi fasa. Metode inversi fasa merupakan proses dimana polimer mengalami perubahan dari fasa cair menjadi fasa padat. Metode ini dipengaruhi beberapa faktor yakni polimer, pelarut, non pelarut, kekentalan dan suhu sintering. Solidifikasi atau proses inversi fasa terjadi akibat terlarutnya fasa pelarut ke dalam non pelarut yang meninggalkan polimer sehingga menjadi padat (Mulder, 1992).

Setyaningsih dkk., (2016) telah melakukan penelitian tentang membran rapat asimetris CaTiO_3 menggunakan polieterimida (PEI) sebagai perekat polimer. Dari penelitian tersebut dihasilkan membran rapat yang memiliki struktur asimetris dengan adanya lapisan rapat yang tipis dan lapisan berpori dengan struktur *finger like*. Akan tetapi, membran tersebut memiliki kekerasan yang kurang bagus, dimana hal tersebut berkaitan dengan kerapatan membran. Berdasarkan

hal tersebut, pada penelitian ini digunakan oksida perovskit berbasis $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF 6428) dan polietersulfon (PESf) sebagai polimer. Tan dkk., (2010) melaporkan pembuatan membran asimetris dengan menggunakan oksida perovskit $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ sebagai komponen utama dalam pembuatan membran dan polietersulfon (PESf) sebagai perekat polimer untuk membentuk struktur asimetris memiliki kekuatan yang bagus.

Sintering merupakan salah satu faktor utama untuk membuat membran rapat asimetris. Suhu sintering dapat mempengaruhi produk akhir dari membran tersebut yang berkaitan kekuatan dan struktur. Jika suhu sintering semakin tinggi maka akan terbentuk membran yang lebih rapat atau mengalami densifikasi yang lebih tinggi sehingga membuat lapisan berpori menjadi lebih rapat (Mohamed dkk., 2016). Oleh karena itu pada penelitian ini dipelajari pengaruh suhu sintering terhadap membran rapat asimetris LSCF 6428.

1.2 Permasalahan

Membran rapat yang tipis memiliki fluks permeasi oksigen yang tinggi, akan tetapi saat disinter pada suhu tinggi membran tersebut mudah pecah. Membran yang tebal tidak mudah pecah saat disinter pada suhu tinggi namun fluks permeasi oksigennya menjadi rendah. Oleh karena itu, dibuat membran asimetris yang menghasilkan membran yang kuat namun memiliki fluks permeasi oksigen yang tinggi. Permasalahan tersebut dapat diatasi apabila membran dibuat menjadi asimetris, yaitu memiliki minimal dua bagian, Satu bagian memiliki kerapatan yang tinggi sedangkan bagian lainnya sangat berpori dan lebih tebal yang berfungsi sebagai pendukung bagian yang rapat. Membran asimetris tersebut

dapat dibuat dengan metode sintesis inversi fasa, namun, hasil akhirnya sangat ditentukan oleh proses sintering. Oleh karena itu maka perlu diketahui suhu sintering yang optimal untuk pembuatan membran rapat asimetris.

1.3 Batasan Masalah

Pada penelitian ini bahan yang digunakan untuk membuat membran asimetris adalah oksida perovskit $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF 6428) dengan metode inversi fasa. Pada metode inversi fasa digunakan Polietersulfon (PESf) sebagai bahan polimer untuk membentuk membran asimetris dan Dimethyl sulfoxida (DMSO) sebagai pelarut serta aqua DM sebagai koagulan (non pelarut).

1.4 Tujuan

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh suhu dan metode sintering terhadap morfologi dan sifat mekanik membran rapat asimetris LSCF 6428.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

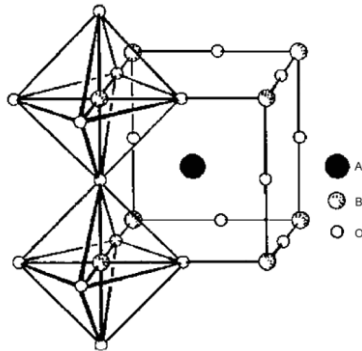
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Perovskit

2.1.1 Oksida perovskit

Oksida perovskit pertama kali ditemukan oleh Count Lev Alekevich von Perovski yaitu suatu material anorganik yang memiliki struktur sama dengan mineral alam CaTiO_3 . Struktur ideal dari perovskit adalah kubus yang mempunyai stokiometri ABX_3 dan struktur kristal perovskit ditunjukkan pada Gambar 2.1. Oksida perovskit terdapat sisi A dan sisi B, dimana sisi A merupakan kation yang ukurannya lebih besar (seperti Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+}), sedangkan untuk sisi B merupakan kation yang ukurannya lebih kecil (seperti Ti^{1+} , Nb^{5+} , Mn^{4+} , Zr^{4+}) serta X adalah anion (seperti O^{2-} , F^- atau Cl^-).



Gambar 2.1 Struktur ideal dari oksida perovskit yang digambarkan untuk ABO_3 (Feng dkk., 2008)

Oksida perovskit memiliki struktur khas yaitu terdiri dari kation yang berkoordinasi 12 pada sisi A dan kation berkoordinasi 6 pada sisi B (Ishihara, 2008). Pada logam sisi

A dan logam sisi B muatan ion total harus 6 ($A^{1+}B^{5+}O_3$, $A^{2+}B^{4+}O_3$, $A^{3+}B^{3+}O_3$) supaya terbentuk keseimbangan muatan dengan muatan negatif 6 yang dibawa oleh tiga ion oksigen (Tien-Thao dkk., 2007).

Kelebihan dari oksida perovskit adalah sebagian ion oksigen penyusun dari strukturnya dapat direduksi tanpa menimbulkan perubahan struktur yang berarti, sehingga dapat dioksidasi kembali melalui reaksi reoksidasi. Oleh sebab itu, oksida perovskit berfungsi sebagai oksidator. Terjadinya kekosongan ion oksigen akibat reaksi reduksi pada permukaan oksida perovskit tersebut akan menjadi sisi aktif pada adsorpsi dan disosiasi oksigen molekuler (Mundschau dkk., 2008).

Oksida perovskit yang berstruktur kristal ideal memiliki nilai faktor toleransi yaitu antara 0,8-1,0. Nilai faktor toleransi (t) dirumuskan oleh Goldschmidt, sebagaimana ditunjukkan oleh persamaan 2.1.

$$t = \frac{r_a + r_o}{\sqrt{2} (r_b + r_o)} \quad 2.1$$

Dimana r_a adalah jari-jari ion dari kation sisi A dan r_b adalah jari-jari ion dari kation sisi B serta r_o adalah jari-jari ion oksigen (Ishihara, 2008).

2.1.2 Sifat-sifat oksida perovskit

Pada oksida perovskit terdapat sifat yang unik yaitu tanpa merubah strukturnya, ia dapat melepaskan oksigen kisi oksigennya, dimana terjadinya pelepasan oksigen ini bersifat reversibel. Adanya sifat tersebut, oksida perovskit dapat berperan sebagai oksidator serta sumber oksigen bagi reaksi oksidasi (Goldwasser dkk., 2005).

Apabila oksida perovskit dibuat dalam bentuk padat, maka oksida tersebut memiliki daya hantar ion oksigen yang

baik dan selektif. Terjadinya hantaran ion oksigen tersebut karena adanya difusi ion oksigen yang melewati kisi-kisi kristalnya sehingga dengan sifat tersebut oksida perovskit dapat dimanfaatkan sebagai membran penghantar ion oksigen (Tai dkk., 1995). Selain itu juga, pada oksida perovskit dapat dilakukan substitusi kation pada sisi A dan sisi B struktur oksida perovskit secara isomorfis dengan kation lainnya. Kation bisa memiliki bilangan oksidasi yang lebih tinggi/rendah atau bilangan oksidasi yang sama dengan kation A atau B dari oksida perovskit. (Tien-Thao dkk., 2007). Oksida perovskit mempunyai aktivitas yang baik bila digunakan sebagai katalis karena kemampuannya mengalami oksidasi-reduksi yang baik (Wei dkk., 2008).

2.1.3 Perovskit $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_y\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF)

Membran penghantar ion oksigen dari oksida-oksida berstruktur perovskit tidak sempurna telah mendapat banyak perhatian. Salah satu jenis membran penghantar campuran ion dan elektron yang banyak diteliti adalah membran perovskit $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_y\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF). Membran LSCF berasal dari membran LaCoO_3 yang diganti pada sisi A dan sisi B dengan Sr dan Fe secara berurutan. Membran LSCF memiliki konduktivitas termal yang baik pada suhu intermediet dan karakteristik difusi pertukaran oksigen pada permukaan superior yang baik (Scott dkk., 2002).

LSCF termasuk dalam material penghantar campuran ion dan elektron (MIEC) dan banyak digunakan sebagai bahan bakar oksida padat (SOFC) pada membran pemisahan oksigen (Fakhrabadi dkk., 2015). LSCF juga merupakan salah satu material penting dari membran pemisahan selektif terhadap ion-ion oksigen yang memiliki stabilitas kimia dan mekanik

yang bagus, akan tetapi menunjukkan permeasi oksigen yang rendah (Tan dkk., 2010). Scott dkk., (2002) melaporkan bahwa material LSCF menunjukkan aktivitas yang baik pada proses oksidasi metana, dimana menunjukkan ketahanan terhadap deposisi karbon.

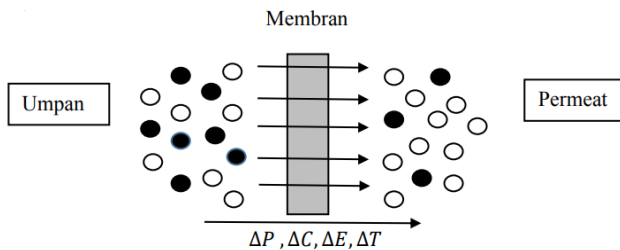
Wang dkk., (2009) melaporkan bahwa LSCF yang dibuat dengan metode inversi fasa menghasilkan membran yang memiliki struktur asimetris dengan fluks permeasi oksigen sebesar $0,11-2,19 \text{ mL.cm}^{-2}.\text{min}^{-1}$ pada suhu $650-1000^{\circ}\text{C}$. Selain itu juga, Tan dkk., (2010) melaporkan bahwa membran serat berongga LSCF 6428 yang disinter pada suhu 1200°C memiliki kekuatan tekan sebesar $87,7 \text{ MPa}$. Sedangkan jika suhu dinaikkan menjadi 1250°C maka kekuatan tekannya juga meningkat yaitu sebesar $100,5 \text{ MPa}$.

2.2 Membran

Membran merupakan suatu material yang berbentuk lapisan tipis yang memiliki dua fasa fluida yaitu fasa umpan atau biasa disebut *feed* dan fasa permeat yang bersifat sebagai penghalang (*barrier*) terhadap suatu zat tertentu. Sehingga membran dapat memisahkan zat yang memiliki ukuran berbeda serta dapat membatasi transpor dari berbagai spesi lainnya berdasarkan sifat fisik dan sifat kimianya. Membran bersifat semipermeabel yang berarti membran dapat menahan zat-zat tertentu yang memiliki ukuran lebih besar dari ukuran pori membran dan melewatkan zat-zat yang memiliki ukuran lebih kecil dibandingkan dengan pori membran. Dari kemampuan membran yang memiliki sifat selektif tersebut membran banyak digunakan pada proses pemisahan.

Proses pemisahan dengan menggunakan membran mempunyai kemampuan memindahkan salah satu komponen

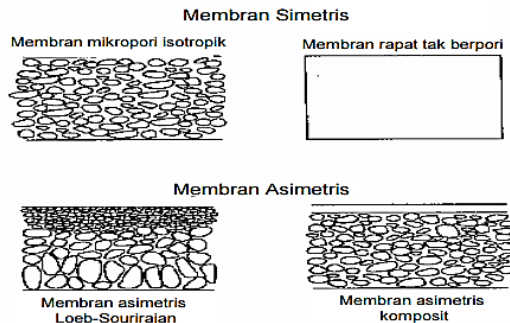
berdasarkan sifat fisik dan kimia dari membran serta komponen yang dipisahkan. Perpindahan pada membran terjadi karena adanya gaya dorong atau biasa disebut *driving force* dalam umpan yang berupa beda tekanan (ΔP), beda konsentrasi (ΔC), beda potensial (ΔE) dan beda temperatur (ΔT) serta selektifitas membran yang dinyatakan dengan rejeksi seperti Gambar 2.2 (Mulder, 1992).



Gambar 2.2 Proses pemisahan dengan membran (Mulder, 1992).

Berdasarkan strukturnya, membran dibedakan menjadi dua yaitu membran simetris dan membran asimetris yang dapat dilihat pada Gambar 2.3. Membran simetris yaitu membran yang memiliki struktur tersusun atas satu macam lapisan (homogen) bisa terdiri dari lapisan berpori atau lapisan tidak berpori saja. Membran simetris memiliki ketebalan sekitar 10-200 μm . Sedangkan membran asimetris adalah membran yang terdiri dari lapisan tipis yang aktif berupa lapisan rapat dan lapisan pendukung berupa lapisan berpori (heterogen). Ukuran dan kerapatan porinya tidak sama dari bagian atas dan bagian bawah. Ketebalan lapisan tipisnya sekitar 0,1-0,5 μm dan lapisan pendukungnya sekitar 50-150 μm . Membran asimetris mengkombinasikan selektifitas yang tinggi dari membran rapat dan laju permeasi yang tinggi dari membran

yang tipis. Lapisan atas membran yang tipis menentukan ketahanan terhadap transfer massa (Mulder, 1992).



Gambar 2.3 Penampang Membran Simetris dan Asimetris (Mulder, 1992).

2.3 Sintesis Oksida Perovskit dan Membran Asimetris

2.3.1 Metode Sintesis Oksida Perovskit LSCF

Oksida perovskit LSCF disintesis dengan metode *solid state*. Metode *solid state* merupakan salah satu cara yang digunakan untuk membuat padatan polikristalin. Pada metode ini digunakan campuran bahan-bahan yang berupa padatan tanpa menggunakan larutan. Terdapat dua tahap pada proses tersebut yaitu tahap nukleasi dan pertumbuhan kristal. Apabila struktur reaktan sama dengan struktur produk, maka laju nukleasi akan menjadi lebih cepat karena terjadi tanpa adanya reorganisasi struktur sehingga menyebabkan reaktivitas meningkat. Pada tahap pertumbuhan kristal terjadi difusi ion-ion di daerah antarmuka reaktan dan produk (West, 1984).

Pada metode *solid state*, padatan yang direaksikan harus dalam kemurnian tinggi. Selain itu, suhu kalsinasi harus di atas 1000°C. Kelebihan metode *solid state* adalah bahan yang

dibutuhkan lebih sedikit dan reaksinya lebih mudah. Kelemahan metode *solid state*, yaitu diperlukan suhu pemanasan yang sangat tinggi dan sulit untuk mengatur homogenitas (Maulidah dan Fansuri., 2010).

2.3.2 Metode Pembuatan Membran Rapat Asimetris

Terdapat beberapa teknik untuk membuat membran yaitu *sintering*, *stretching*, *track-etching*, *coating* dan inversi fasa. Sedangkan untuk pembuatan membran asimetris, telah banyak digunakan teknik inversi fasa. Inversi fasa merupakan proses transformasi polimer dari fasa cair ke fasa padat dengan kondisi terkendali. Proses pengendapan terjadi oleh keadaan transisi dari suatu cairan menjadi dua cairan yang saling bercampur (*liquid-liquid demixing*). Selama proses pencampuran, salah satu fasa cair yang mengandung polimer berkonsentrasi tinggi akan memadat dan membentuk matriks sehingga morfologi membran dapat diatur (Mulder, 1992).

Lalia dkk., (2013) melaporkan bahwa pada teknik inversi fasa terjadinya perubahan dari fasa cair ke fasa padat dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu :

- (a) Teknik redam endap. Larutan polimer direndam pada bak koagulan yang berisi larutan non-pelarut sehingga terjadi pencampuran dan pengendapan karena adanya pertukaran larutan (dari larutan polimer) dengan non-pelarut (dari bak koagulan). Metode ini paling banyak digunakan dibandingkan dengan metode lainnya untuk menghasilkan membran dengan struktur asimetris.
- (b) Teknik pemisahan fasa terinduksi secara termal. Metode ini didasarkan pada fenomena dimana kualitas pelarut biasanya berkurang ketika terjadi penurunan suhu.

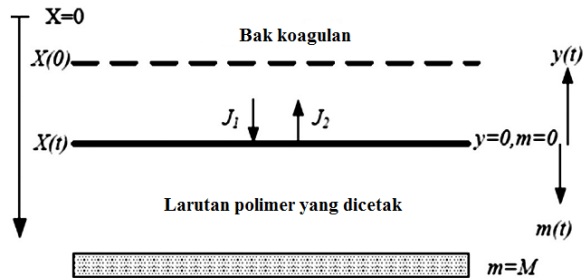
Setelah pencampuran terinduksi, pelarut dihilangkan dengan cara ekstraksi, penguapan atau pengeringan beku.

- (c) Teknik pemisahan fasa dengan penguapan. Larutan polimer dibuat dalam larutan atau campuran dengan non-pelarut yang volatil dan pelarut selanjutnya diuapkan sehingga terjadi pengendapan atau pencampuran.
- (d) Teknik pemisahan fasa disebabkan oleh uap. Larutan polimer dibiarkan pada keadaan yang mengandung non-pelarut sehingga terjadi absorpsi oleh non-pelarut yang dikarenakan oleh pencampuran/pengendapan.

Teknik inversi fasa rendam endap banyak digunakan karena dapat menghasilkan membran yang berbentuk asimetris dengan ukuran pori yang bervariasi. Pembentukan membran dengan teknik ini melalui beberapa tahap yaitu pembuatan larutan cetak, pencetakan larutan cetak, penguapan pelarut secara parsial pada lapisan atas dan pengendapan polimer dalam bak koagulan yang berisi non pelarut. Polimer yang digunakan harus memiliki kearutan yang rendah dalam non pelarut. Pori-pori yang terbentuk sangat berpengaruh dengan kelarutan polimer dalam non pelarut. Semakin tinggi kelarutan polimer, maka pori-pori yang terbentuk akan semakin besar. Selain itu juga, pori-pori yang terbentuk dipengaruhi oleh konsentrasi polimer dalam larutan cetak. Semakin tinggi konsentrasi polimer maka pori yang terbentuk akan semakin rapat (Mulder, 1992).

Proses pembentukan membran dengan metode inversi fasa rendam endap dapat dideskripsikan dengan hubungan antar komponen yaitu polimer, pelarut dan non-pelarut. Pertama, polimer dilarutkan kedalam pelarut. Setelah terbentuk larutan polimer, kemudian larutan tersebut dicelupkan kedalam cairan non pelarut, sehingga pelarut

berdifusi keluar dari larutan polimer dan non-pelarut berdifusi pada larutan. Pada umumnya pertukaran antara pelarut dan non-pelarut akan mengubah kestabilan larutan polimer secara termodinamik menjadi tidak stabil (Li dkk., 2006). Saat terjadi pertukaran antara pelarut dan non-pelarut maka pelarut akan keluar menuju ke non-pelarut sehingga menghasilkan pori-pori. Skema proses pertukaran antara pelarut dan non-pelarut dapat dilihat pada Gambar 2.4. Pelarut berdifusi kedalam bak koagulan (pada fluks = J_1), sedangkan non-pelarut akan berdifusi kedalam larutan polimer yang telah dicetak (pada fluks = J_2). Setelah beberapa waktu tertentu pertukaran pelarut dan non-pelarut akan menghasilkan larutan yang tidak stabil secara termodinamika saat proses pertukaran sehingga akan menghasilkan lapisan polimer padat dengan struktur yang asimetris.



Gambar 2.4 Skema pertukaran pelarut dan non-pelarut dengan metode inversi fasa rendam endap (Lalia dkk., 2013)

2.4 Faktor-faktor yang mempengaruhi morfologi

Terdapat beberapa faktor atau parameter yang digunakan untuk mengontrol pembentukan morfologi membran

diantaranya pemilihan pelarut atau non-pelarut, konsentrasi polimer, komposisi bak koagulan dan komposisi larutan polimer (Mulder, 1992).

2.4.1 Pemilihan pelarut atau non-pelarut

Parameter yang cukup penting dalam metode inversi fasa rendam endap pemilihan pelarut atau non-pelarut yang akan digunakan selama reaksi berlangsung. Untuk membuat membran dari polimer dengan metode inversi fasa maka polimer harus dapat larut dengan pelarut. Meskipun terdapat beberapa pelarut yang mungkin sesuai untuk polimer yang digunakan, akan tetapi pelarut dan non-pelarut harus bisa tercampur. Selain itu juga, pelarut harus bersifat volatil sehingga saat disinter pelarut dapat menguap. Air lebih sering digunakan sebagai non-pelarut tetapi non-pelarut lainnya juga dapat digunakan (Mulder, 1992).

2.4.2 Konsentrasi polimer

Pemilihan polimer juga merupakan faktor penting yang dapat mempengaruhi pembentukan morfologi membran. Pemilihan polimer penting karena pada metode inversi fasa penggunaan pelarut/non-pelarut sangat terbatas. Pemilihan polimer akan berdampak pada penyumbatan atau *fouling* dan stabilitas termal serta kimia pada membran yang dihasilkan (Mulder, 1992).

Peningkatan konsentrasi polimer pada larutan *casting* dapat menyebabkan kenaikan konsentrasi polimer pada larutan casting, sehingga membran yang dihasilkan akan memiliki ukuran pori yang kecil serta fluks permeasinya rendah (Mulder, 1992).

2.4.3 Komposisi bak koagulan

Penambahan pelarut kedalam bak koagulan dapat berpengaruh pada struktur membran yang akan terbentuk. Semakin besar konsentrasi pelarut didalam bak koagulan, maka akan mengakibatkan penurunan konsentrasi polimer pada larutan *casting*. Hal tersebut akan menghasilkan membran dengan ukuran pori yang lebih besar (Mulder, 1992).

2.4.4 Komposisi larutan polimer/*casting*

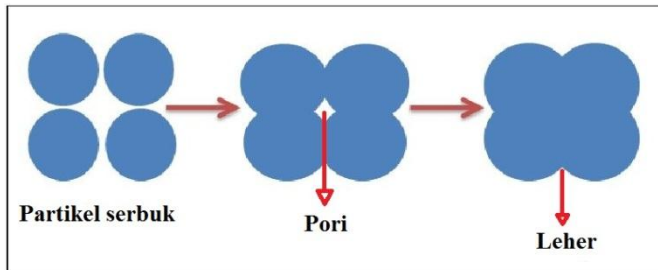
Penambahan non-pelarut pada larutan polimer akan berpengaruh pada struktur membran yang dihasilkan. Penambahan non-pelarut dapat menyebabkan struktur pori membran semakin terbuka (Mulder, 1992).

2.5 Sintering

Sintering termasuk salah satu teknik yang cukup sederhana yang memungkinkan untuk menghasilkan membran berpori dari material organik maupun anorganik. Pada metode ini terjadi penekanan pada serbuk yang terdiri dari partikel-partikel dengan ukuran tertentu dan melibatkan suhu tinggi. Selama terjadi proses sintering, antarmuka pada setiap partikel akan menghilang dan mulai bergabung seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.5 (Mulder, 1992).

Sintering merupakan proses pemanasan atau pemadatan suatu material pada suhu tinggi mendekati titik leleh atau titik leburnya, sehingga terjadi perubahan pada strukturnya menjadi struktur mikro. Hal tersebut dikarenakan adanya pengurangan jumlah dan ukuran pori, terjadinya pertumbuhan butir (*grain growth*), peningkatan densitas atau kekerasan serta terjadinya penyusutan volume. Pada proses sintering *green body* dipanaskan didalam furnace (tungku pemanas)

dengan suhu yang tinggi sekitar $2/3$ atau $4/5$ dari titik leleh atau titik leburnya supaya partikel-partikel tersebut beraglomerasi menjadi material yang lebih padat (Mulder, 1992).



Gambar 2.5 Skema Proses Sintering (West, 1984).

Pada proses sintering terdapat beberapa hal yang perlu diperhatikan karena sangat berpengaruh pada kerapatan membran yaitu laju kenaikan suhu, suhu puncak serta lama waktu penahanan suhu. Jika laju kenaikan suhu terlalu besar maka akan membuat proses densifikasi dan pertumbuhan butiran menjadi lebih cepat, akan tetapi dapat menimbulkan keretakan pada membran karena pertumbuhan butiran yang tidak normal. Sedangkan, lama waktu penahan saat sintering akan berpengaruh pada pertumbuhan butiran yang lebih teratur (Tan dkk., 2005). Machfudzoh dkk., (2014) melaporkan bahwa membran rapat asimetris CaTiO_3 yang disintering pada suhu 1200°C akan semakin rapat dan porositas pada permukaan membran akan berkurang dibandingkan dengan membran yang disintering pada suhu 890°C . Hal itu dikarenakan jarak antar partikel menjadi lebih kecil, sehingga pori-pori pada membran menjadi lebih sedikit.

2.6 Karakterisasi

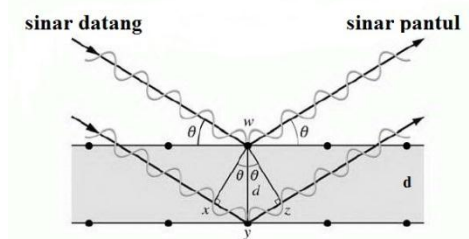
2.6.1 Difraksi Sinar-X (*X-Ray Diffraction* atau XRD)

Difraksi sinar-X merupakan salah satu metode analisa yang berdasarkan pada interaksi antara suatu material dengan radiasi sinar elektromagnetik sinar-X. Difraksi sinar-X adalah metode analisa yang utama untuk mengidentifikasi zat atau material padatan. Setiap kristal memiliki jarak antar atom atau jarak antar bidang kristal yang ukurannya hampir sama dengan panjang gelombang (λ) sinar-X. Difraksi sinar-X dilakukan untuk mengetahui struktur kristal, perubahan fasa serta derajat kristalinitas material. Pola yang dihasilkan dari difraksi sinar-X oleh atom-atom yang tersusun pada kristal akan berbeda-beda tergantung pada konfigurasi yang dibentuk oleh atom-atom dalam kristal tersebut (West, 1984).

Metode XRD berdasarkan pada sifat difraksi sinar-X yang merupakan hamburan sinar-X dengan panjang gelombang (λ) dan sudut (θ) saat melewati kisi kristal dengan jarak antar bidang kristal (d) yang didasarkan pada Hukum Bragg seperti persamaan 2.2.

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad 2.2$$

Dimana n adalah bilangan bulat, θ adalah sudut difraksi, λ adalah panjang gelombang serta d adalah jarak kisi kristal dalam bidang. Pada difraksi sinar-X cahaya yang dihamburkan akan jatuh pada bidang paralel dari suatu material seperti pada gambar 2.6. Sinar yang dihamburkan dan beda jarak lintasanya harus memenuhi pola $n\lambda$ agar terjadi interferensi konstruktif. Sinar-X yang biasa digunakan adalah radiasi Cu $K\alpha$ dengan panjang gelombang 1,54 Å (West, 1984).



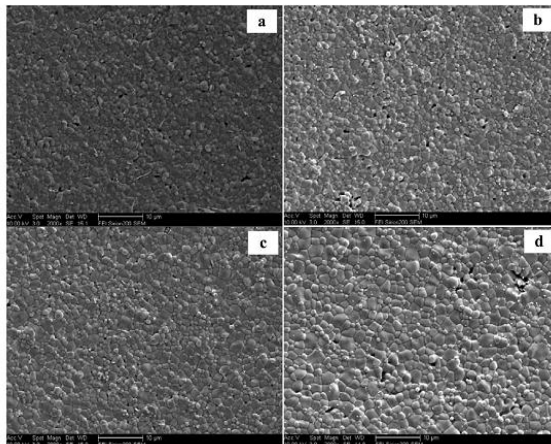
Gambar 2.6 Difaksi Sinar-X (West,1984).

2.6.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah salah satu jenis analisa menggunakan mikroskop elektron yang menggambarkan permukaan sampel melalui proses scanning atau pemindaian dengan pancaran energi tinggi dari elektron. Analisa SEM dilakukan untuk mengamati morfologi permukaan suatu material dengan prinsip kerja menggunakan sifat gelombang dari elektron. Karakterisasi menggunakan SEM dapat digunakan untuk sampel yang tebal serta dimanfaatkan untuk melihat struktur topografi permukaan, ukuran butiran, serta komposisi pencemaran suatu material. SEM merupakan salah satu tipe mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pengganti gelombang cahaya, sehingga dihasilkan gambar yang beresolusi tinggi. Hasil yang diperoleh dari SEM ini berupa gambar atau foto yang berbentuk tiga dimensi (Fansuri dkk., 2010).

Sebelum dilakukan analisa SEM, sampel yang akan dianalisa harus *dicoating* atau dilapisi terlebih dahulu menggunakan Pt dan Au supaya sampel dapat bersifat konduktif sehingga sampel dapat mengalirkan elektron. Akan tetapi, untuk sampel yang sudah bersifat konduktif tidak perlu lagi dilapisi dengan Pt atau Au. Pada SEM terdapat dua jenis

berkas elektron yang dipancarkan oleh spesimen yaitu *secondary electron* (SE) dan *back scattered electron* (BSE). *Secondary electron* (SE) terbentuk akibat adanya interaksi antara elektron primer dengan spesimen. Berkas elektron yang dipancarkan akan menyap spesimen dan memancarkan sinyal yang akan ditangkap oleh detektor sehingga menghasilkan gambar pada monitor. Sedangkan, untuk *back scattered electron* (BSE) menghasilkan intensitas yang berbeda pada setiap unsur dengan nomor atom yang berbeda. Sehingga akan dihasilkan gambar yang menyatakan adanya perbedaan unsur kimia akibat perbedaan intensitas yang ditangkap (Fansuri dkk., 2010).



Gambar 2.7 Foto SEM dari permukaan membran LSCF 6428 yang disintering pada suhu 1300°C selama (a) 2 jam; (b) 4 jam; (c) 6 jam dan (d) 8 jam (Tan dkk., 2010).

Cara kerja dari SEM adalah elektron dilepaskan oleh ujung *electron gun*. Selanjutnya, lensa elektromagnet akan

menyearahkan dan memfokuskan berkas elektron yang telah dipancarkan. Koil pemindai mengarahkan berkas elektroon terfokus pada spesimen sehingga sinyal dari elektron akan ditangkap oleh detektor dan ditransfer berupa bentuk gambar atau foto pada layar monitor (Fansuri dkk., 2010).

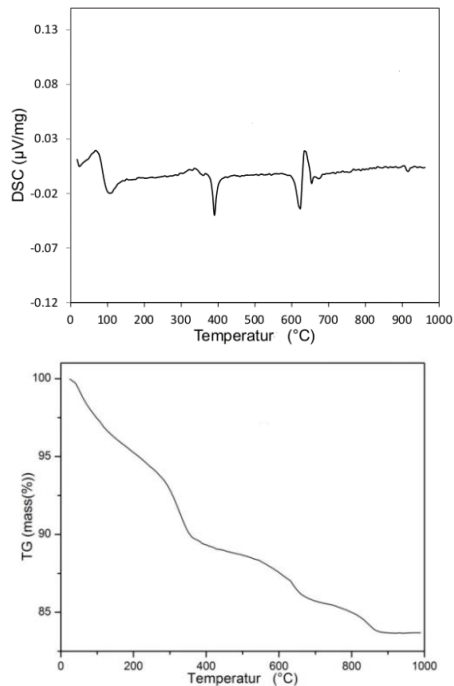
2.6.3 Thermal Gravimetric Analysis (TGA) – Differential Scanning Calorimetry (DSC)

Analisa termogravimetri adalah suatu teknik untuk pengukuran perbedaan berat sampel sebagai fungsi suhu pemanasan dalam atmosfer terkontrol. Perbedaan massa dapat berupa berkurang/hilangnya berat (emisi uap) dan bertambahnya berat sampel (fiksasi gas). Oleh sebab itu, titik fokus dari analisis termogravimetri adalah perubahan berat sampel terhadap pemanasan. Data yang diperoleh dari analisis ini adalah profil kurva berat terhadap waktu dan profil kura berat terhadap suhu. Kemurnian sampel, sifat dekomposisi, degradasi termal, reaksi kimia yang melibatkan berat sampel akibat absorpsi, desorpsi dan kinetika kimia dapat ditentukan menggunakan analisa termogravimetri (Prasetyoko dkk., 2016).

DSC merupakan suatu teknik yang digunakan untuk menentukan suhu dari transformasi yang terjadi pada sampel akibat adanya pemanasan atau pendinginan yang diikuti dengan pertukaran panas serta untuk mengkuantitaskan panasnya. Selain itu, metode DSC dapat digunakan untuk menentukan suhu transisi, panas fusi fasa kristal, derajat kristalisasi, kapasitas panas, panas pembentukan dan kemurnian sampel. Sementara itu, data yang diperoleh dari analisis DSC adalah profil kurva aliran panas ke sampel dikurangi aliran panas ke objek (*reference*) terhadap waktu

atau suhu. Pada teknik ini, perbedaan suhu antara sampel dan objek (*reference*) dijaga supaya tetap nol dimana sampel dan objek (*reference*) berada pada suhu yang sama (Prasetyoko dkk., 2016).

Analisa karakteristik termal serbuk kering nano partikel LSCf 6428 dilakukan dengan metode *Thermal Gravimetric* (TG) dan *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) untuk mengetahui dekomposisi unsur-unsur organik dengan laju pemanasan $10^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ pada atmosfer helium untuk analisa DSC dan laju pemanasan $10^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ pada atmosfer nitrogen untuk analisa TGA (Fakhrabadi dkk., 2015).



Gambar 2. 8 TGA-DSC LSCF 6428 (Fakhrabadi dkk., 2015).

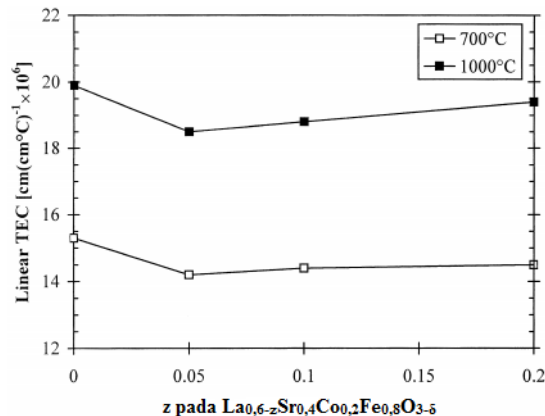
Pada Gambar 2.8 hasil TGA menunjukkan pada prekursor terjadi tiga tahap dekomposisi dan diikuti fasa kristalisasi dengan kehilangan massa total sebesar 16% sampai suhu 900°C. Kehilangan massa terbesar 10% terjadi pada suhu 400°C yang menunjukkan penguapan air dan dehidrasi dari nanomaterial, dimana terdapat endotermis dua reaksi enotermis di suhu 100°C dan 360°C pada kurva DSC. Berkurangnya massa sebesar 5% terjadi antara suhu 400°C dan 800°C yang menunjukkan dekomposisi karbonat seperti lantanum karbonat yang menjadi reaksi antara $\text{La}(\text{OH})_3$ dengan atmosfer CO_2 selama proses pemisahan. Pengurangan massa terakhir sebesar 1% diatas suhu 700°C yang menunjukkan terjadinya dekomposisi total dari rekatan, modifikasi kisi kristal dan pertumbuhan kristal yang dapat dilihat pada kurva DSC dengan adanya rekasi eksotermis dan fluktuasi (Fakhrabadi dkk., 2015).

2.6.4 Thermal Mechanical Analysis (TMA)

Teknik TMA dapat digunakan untuk menentukan koefisien ekspansi thermal (koefisien muai panas), perubahan volume pada kristalisasi atau transformasi kristal, sintering, dan transisi glass dalam suatu polimer. Pada analisis ini diperoleh data berupa profil kurva antara ukuran sampel terhadap waktu atau suhu (Prasetyoko, dkk., 2016). Alat yang digunakan untuk analisis ini adalah dilatometer untuk menentukan ekspansi termal linier padatan sebagai fungsi suhu. Koefisien muai panas dapat ditentukan sebagai α .

Pada Gambar 2.9 menunjukkan kurva koefisien muai panas linier (TEC) untuk suhu 700°C dan 100°C dari $\text{La}_{0,6-z}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$. Hasil kurva muai panas menunjukkan kurva yang linier, akan tetapi pada suhu tinggi kurva akan

menjadi lebih curam. Hal tersebut dikarenakan adanya kehilangan kisi oksigen dan pembentukan kekosongan oksigen sehingga koefisien muai panas pada suhu 1000°C lebih besar dibandingkan pada suhu 700°C (Kostoglou *et al.*, 1999).



Gambar 2.9 Koefisien muai panas linier dari $\text{La}_{0,6-z}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ pada suhu 700°C dan 1000°C sebagai fungsi kekurangan sisi A (z) (Kostoglou *et al.*, 1999).

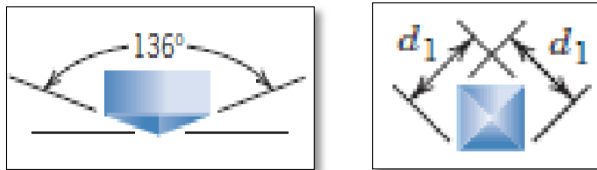
2.6.5 Vickers Microhardness (Uji Kekerasan)

Kekerasan merupakan salah satu sifat mekanik yang penting bagi suatu material, karena kekerasan menentukan ukuran ketahanan material terhadap deformasi tekan (Callister, 2007). Metode pengujian kekerasan yang paling sering digunakan adalah uji *vickers microhardness*. Uji kekerasan indentasi berupa penjejakan oleh sebuah indenter yang keras ditekan ke permukaan material yang diuji. Alat yang digunakan untuk uji *vickers microhardness*

menggunakan indenter berupa piramid yang membuat jejak pada material dengan beban tertentu (Dahlan, 2000).

Nilai kekerasan berkaitan dengan kekuatan luluh atau tarik logam. Hal ini dikarenakan selama terjadi indentasi (penjejakan), material akan mengalami deformasi sehingga terjadi regangan dengan presentase tertentu (Dahlan, 2000). Nilai kekerasan *vickers* (HV) didefinisikan sebagai beban/gaya uji yang diberikan (P) yaitu ≥ 1 kgf dibagi dengan luas jejak piramida (indenter) (d_1^2) seperti persamaan 2.3 (Callister, 2007).

$$HV = 1,854 \frac{P}{d_1^2} \quad 2.3$$



Gambar 2.10 Bentuk indentasi dari uji vickers microhardness (Callister, 2007).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dalam dua tahap yaitu sintesis perovskit $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ dan preparasi membran datar asimetris $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ menggunakan metode inversi fasa dan sintering.

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan untuk sintesis perovskit $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$, preparasi membran asimetris dan karakterisasi membran. Alat sintesis dan preparasi terdiri dari mortar dan alu, krusibel porselin, spatula besi, kaca arloji, neraca analitik, plat kaca, oven, stirer, erlenmeyer, gelas ukur, ayakan 400 *mesh*, batch/bak koagulan, pipet tetes dan *furnace*.

Alat karakterisasi yang digunakan adalah *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa kristal dari oksida perovskit yang telah disintesis, *Scanning Electron Micrograph* (SEM) untuk mengetahui morfologi permukaan, penampang lintang dan persebaran unsur membran perovskit, *Micro Vickers hardness* untuk mengetahui kekerasan membran rapat asimetris serta uji *Thermal Mechanical Analysis* (TMA) untuk mengetahui nilai koefisien muai termal dari membran rapat asimetris.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk La_2O_3 , SrCO_3 , Co_3O_4 , dan Fe_2O_3 , PESf (*Polyethersulfone*) sebagai binder polimer, *Dimethylsulfoxida*

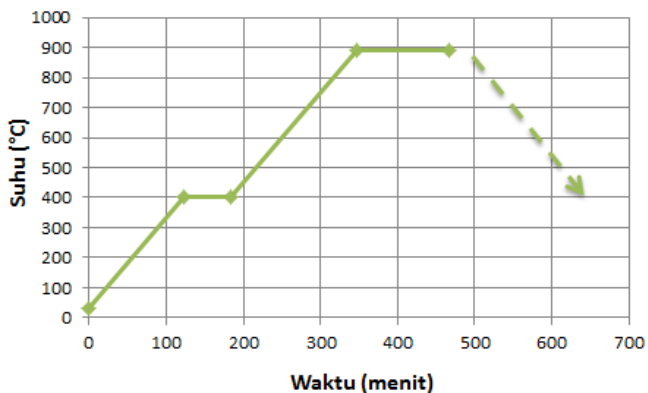
(DMSO) sebagai pelarut, Aqua demineralisasi (Aqua DM) sebagai non-pelarut dan metanol.

3.2 Cara Kerja

3.2.1 Sintesis Oksida Perovskit $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{CO}_{0,2}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_{3-\delta}$

Oksida perovskit LSCF 6428 disintesis menggunakan metode *solid state*. Sebelum memulai sintesis, reaktan perlu dipanaskan dalam oven terlebih dulu pada suhu 105°C selama 1 jam sebelum reaktan tersebut ditimbang. Sintesis diawali dengan pencampuran reaktan La_2O_3 , SrCO_3 , Co_3O_4 serta Fe_2O_3 yang sesuai dengan perhitungan stoikiometri pada Tabel 3.1 dan dimasukkan kedalam mortar agate. Kemudian digerus selama 2 jam sampai campuran menjadi homogen. Hasil pencampuran dan penggerusan ini disebut dengan prekursor. Prekursor yang diperoleh selanjutnya dikalsinasi dengan *furnace* serta kenaikan suhu $3^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ dan suhu penahanan 400°C selama 1 jam dan dilanjutkan 890°C selama 2 jam seperti Gambar 3.1. Proses tersebut diulang sebanyak dua kali dengan penggerusan dilakukan selama 15 menit setiap kali selesai kalsinasi.

Serbuk yang dihasilkan dari proses sebelumnya, disinter pada suhu 1000°C selama 2 jam dengan laju kenaikan suhu $3^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ dan proses tersebut diulang sebanyak dua kali. Serbuk terakhir yang diperoleh disebut oksida perovskit yang kemudian digerus kembali selama 15 menit. Serbuk oksida perovskit yang telah digerus kemudian diayak menggunakan ayakan ukuran 400 *mesh* (ukuran partikel $\leq 45\ \mu\text{m}$).



Gambar 3.1 Skema kalsinasi oksida perovskit

Tabel 3.1 Massa oksida logam untuk sintesis 75 g LSCF 6428

No	Bahan	Massa (gram)
1	La_2O_3	32,84
2	SrCO_3	19,84
3	Co_3O_4	5,42
4	Fe_2O_3	21,30

3.2.2 Preparasi Membran Rapat Asimetris LSCF 6428

Membran rapat asimetris LSCF 6428 dibuat melalui metode inversi fasa dan diikuti dengan proses sintering untuk memperoleh membran yang rapat. Membran dibuat dengan komposisi PESf : Dimethyl sulfoxida : oksida perovskit LSCF 6428 sama dengan 5,23 : 42,66 : 52,11 % berat/berat dan massa target 12,80 gram. PESf dilarutkan ke dalam DMSO terlebih dulu di dalam erlenmeyer yang tertutup dan diaduk dengan pengaduk magnetik sampai terbentuk larutan PSEf

yang jernih. Serbuk oksida perovskit yang dihasilkan lalu ditambahkan ke dalam larutan PESf sedikit demi sedikit dan diaduk dengan pengaduk magnetik selama 48 jam agar larutan polimer dan serbuk perovskit tercampur rata dan membentuk suspensi. Selanjutnya suspensi dituang ke atas plat kaca dan diratakan kemudian langsung dimasukkan ke dalam bak koagulan yang berisi aqua DM sebagai non-pelarut untuk membentuk membran mentah yang padat. Membran mentah yang dihasilkan kemudian disinter pada beberapa variasi suhu seperti yang ditunjukkan pada Tabel 3.2 .

Tabel 3.2 Variasi suhu sintering membran rapat asimetris LSCF 6428

No.	Material	Suhu (°C)
1	LSCF 6428	950
2		1100
3		1250

3.2.3 Karakterisasi Membran Rapat Asimetris Perovskit LSCF 6428

3.2.3.1 Analisa XRD

Serbuk oksida perovskit LSCF 6428 dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui fasa kristal dari oksida perovskit menggunakan sumber sinar X dari Cu K α dengan sudut 2 θ antara 5° sampai 90°.

3.2.3.2 Analisa SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Membran mentah dipotong kecil-kecil untuk dikarakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Analisa SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan atas, bawah dan penampang melintang dari membran rapat asimetris. Pengamatan morfologi dilakukan dua kali yaitu membran mentah dan setelah sintering.

3.2.3.3 Analisa TGA-DSC

Analisa TGA-DSC dilakukan pada rentang suhu 25°C sampai 1000°C dengan kenaikan suhu 10°C/menit. Membran rapat asimetris diuji TGA-DSC untuk mengetahui suhu sintering membran mentah LSCF 6428 agar dihasilkan membran yang tidak mudah retak.

3.2.3.4 Analisa *Thermal Mechanical Analysis* (TMA)

Analisa TMA dilakukan untuk mengetahui koefisien muai panas dari membran LSCF 6428. Analisa TMA dilakukan pada suhu 25°C sampai 1000°C dengan kenaikan suhu 10°C/menit dan diberi beban sebesar 0,02 N.

3.2.3.5 Analisa Kekerasan Membran Rapat Asimetris LSCF 6428

Membran rapat asimetris diuji kekerasan menggunakan metode *Micro Vickers Hardness*. Pada uji ini, digunakan indenter berupa intan yang berbentuk seperti piramid, sehingga indentasi yang dihasilkan berupa piramida. Analisa dilakukan dengan diberikan gaya saat indentasi sebesar 0,2 Kgf, ditahan selama 10 detik pada 5 titik.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Oksida Perovskit $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{CO}_{0,2}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_{3-\delta}$

Oksida perovskit $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{CO}_{0,2}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF 6428) disintesis dengan metode *solid state* seperti yang telah dilakukan oleh (Nurherdiana dkk., 2017). Metode *solid state* dipilih untuk sintesis LSCF 6428 karena dapat menghasilkan produk yang sesuai dengan komposisi yang diinginkan. Akan tetapi, pada metode ini dibutuhkan pemanasan suhu tinggi untuk mereaksikan prekursor-prekursornya. Reaksi yang terjadi pada metode ini adalah reaksi antara padatan dengan padatan yang berasal dari oksida-oksida yang berkemurnian tinggi.

Bahan baku yang digunakan pada penelitian ini adalah lantanum oksida (La_2O_3) yang berwarna putih, stronsium karbonat (SrCO_3) yang berwarna putih, kobalt oksida (Co_3O_4) yang berwarna hitam keabu-abuan dan besi oksida (Fe_2O_3) yang berwarna merah bata. Sebelum digunakan untuk sintesis, semua bahan baku dikeringkan didalam oven dengan suhu 105°C selama 1 jam untuk menghilangkan uap air yang terserap oleh bahan bahan baku tersebut. Setelah dikeringkan, bahan baku tersebut disimpan didalam desikator supaya bahan baku tidak menyerap uap air kembali dan supaya saat ditimbang massa bahan baku dapat mendekati massa yang dibutuhkan.

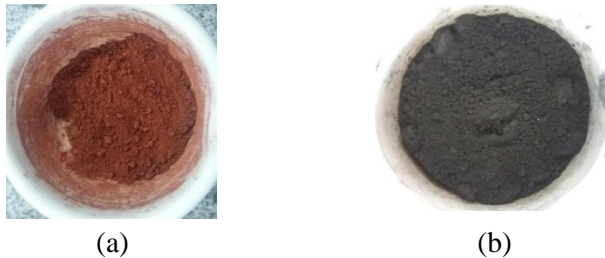
Massa bahan baku ditimbang sesuai dengan jumlah stoikiometri yang ada pada Tabel 3.1. Bahan baku yang sudah ditimbang kemudian dimasukkan ke dalam mortar agate untuk penggerusan. Penggerusan dilakukan selama 2 jam sampai

campuran semua bahan baku tercampur homogen. Hasil pencampuran tersebut disebut dengan prekursor LSCF 6428.

Prekursor yang diperoleh dari proses sebelumnya kemudian dikalsinasi pada suhu 400°C selama 1 jam dengan laju kenaikan suhu $3^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ untuk menguraikan SrCO_3 menjadi SrO dan CO_2 . Selanjutnya, suhu kalsinasi dinaikkan menjadi 890°C yang bertujuan untuk pembentukan oksida perovskit melalui metode *solid state*. Laju kenaikan suhu kalsinasi diatur agar tidak terlalu besar. Hal tersebut bertujuan, supaya pada saat kalsinasi tidak terjadi letupan pada serbuk-serbuk prekursor akibat pelepasan gas-gas yang terlalu cepat. Setelah prekursor dikalsinasi pada suhu 890°C , selanjutnya prekursor tersebut digerus kembali selama 15 menit untuk memperkecil ukuran butiran dan untuk memperluas kontak antar bidang sehingga dapat meningkatkan laju reaksinya. Proses kalsinasi dan penggerusan diulangi sekali lagi.

Serbuk yang diperoleh dari proses kalsinasi pada suhu 890°C , selanjutnya dikalsinasi lagi pada suhu yang lebih tinggi yaitu 1000°C selama 2 jam dan digerus selama 15 menit. Proses tersebut diulangi sebanyak dua kali pengulangan yang bertujuan untuk penyempurnaan pembentukan oksida perovskit yang terbuat dari metode *solid state* serta untuk meningkatkan kekristalan serbuk oksida perovskit.

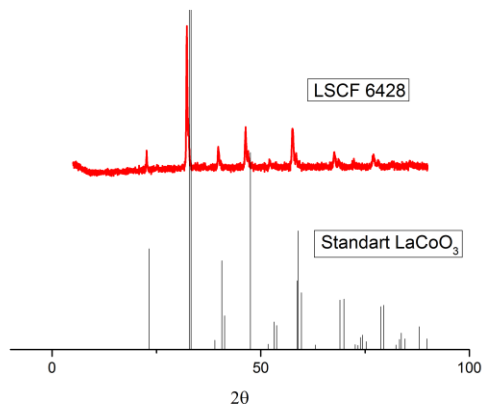
Pada proses kalsinasi diperoleh serbuk berwarna hitam, dimana warna campuran bahan baku sebelum dikalsinasi berwarna merah bata seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1. Terjadinya perubahan warna mengindikasikan bahwa telah terjadi reaksi pada saat kalsinasi yang hasilnya diperkirakan adalah oksida perovskit.



Gambar 4. 1 Campuran bahan baku LSCF 6428 : (a) sebelum kalsinasi dan (b) setelah kalsinasi

Serbuk oksida perovskit dianalisa dengan difraksi sinar-X untuk mengetahui kristalinitas dan fasa yang terbentuk pada oksida perovskit. Gambar 4.2 menunjukkan difraktogram dari oksida perovskit LSCF 6428. Hasil difraktogram sinar-X dicocokkan dengan kartu PDF No. 84-0848 untuk data difraksi kristal LaCoO_3 pada JCPDS-*International Center for Diffraction Data* pada tahun 1980.

Hasil pencocokan pada Gambar 4.2 menunjukkan adanya puncak-puncak tajam dengan intensitas yang tinggi. Selain itu, terdapat kecocokan antara puncak-puncak difraktogram oksida perovskit dengan difraktogram standar. Kecocokan puncak-puncak difraktogram ditunjukkan pada sudut $2\theta = 33,05^\circ, 40,72^\circ, 47,00^\circ, 58,48^\circ, 68,61^\circ$ dan $78,04^\circ$. Sehingga, dengan kecocokan tersebut menunjukkan terbentuknya fasa oksida perovskit LSCF 6428 dengan kemurnian tinggi dan kristalinitas yang tinggi. Hal itu ditunjukkan oleh tidak adanya puncak-puncak tinggi lainnya yang berada di difraktogram tersebut serta kristalinitasnya ditunjukkan dengan adanya puncak-puncak yang tinggi dan tajam.



Gambar 4. 2 Difraktogram sinar-X LSCF 6428

4.2 Preparasi Membran Rapat Asimetris LSCF 6428

Membran datar rapat asimetris dibuat dengan metode inversi fasa rendam endap. Metode ini dipilih karena dapat menghasilkan membran dengan struktur asimetris dengan berbagai bentuk dan prosesnya tidak terlalu rumit (Wang dkk., 2009). Pada membran rapat asimetris terdapat dua lapisan yaitu lapisan rapat dan berpori. Ketebalan lapisan rapat harus setipis mungkin, sedangkan lapisan berpori diharapkan berbentuk seperti *finger like* karena pori yang berbentuk memanjang lebih kuat menopang lapisan rapat.

Pada pembuatan membran datar rapat asimetris LSCF 6428 digunakan PESf sebagai binder polimer, DMSO sebagai pelarut dan aqua-DM sebagai non-pelarut. DMSO digunakan sebagai pelarut karena dapat melarutkan PESf serta dapat larut pada non-pelarut (aqua-DM), selain itu juga DMSO tidak bereaksi dengan serbuk oksida perovskit LSCF 6428. Aqua-

DM digunakan sebagai non-pelarut karena tidak melarutkan polimer, perubahan fasa dapat terjadi dengan cepat serta mudah didapatkan.

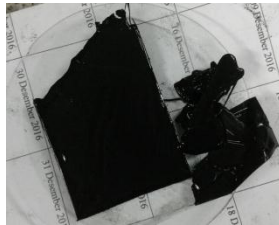
Larutan polimer dibuat dengan komposisi perovskit LSCF 6428 : PESf : DMSO = 52,11 : 5,23 : 42,66 % berat/berat. Serbuk perovskit LSCF 6428 yang digunakan adalah serbuk yang lolos ayakan 400 mesh ($\leq 35 \mu\text{m}$). Hal ini dikarenakan, ukuran partikel serbuk perovskit memiliki pengaruh terhadap kerapatan dan distribusi ukuran pori pada morfologi membran (Husnah, 2014). Pertama, PESf dilarutkan dengan DMSO pada suhu kamar sambil diaduk dengan pengaduk magnetik dan ditunggu sampai PESf larut semua, sehingga diperoleh larutan polimer homogen yang bening atau tidak berwarna. Selanjutnya, serbuk perovskit LSCF 6428 ditambahkan ke dalam larutan polimer dan diaduk selama 48 jam. Hal ini bertujuan agar larutan polimer dan serbuk perovskit tercampur secara merata. Larutan campuran polimer berupa suspensi kental yang berwarna hitam.

Suspensi campuran polimer kemudian dicetak di atas plat kaca dengan ketebalan $\pm 2 \text{ mm}$ dan langsung dimasukkan ke dalam bak koagulan yang berisi aqua-DM sebagai non-pelarut. Proses rendam endap ini bertujuan untuk mendapatkan membran mentah yang padat. Pada perlakuan tersebut terjadi perubahan fasa dari cairan suspensi menjadi padat. Hal ini disebabkan oleh adanya pertukaran antara pelarut (DMSO) dengan non-pelarut (aqua-DM), dimana pelarut ke luar meninggalkan larutan polimer dan aqua-DM masuk ke dalam larutan polimer. Pada saat pelarut ke luar, konsentrasi polimer menjadi meningkat sehingga menghasilkan membran yang padat seperti yang dilaporkan oleh (Yuan dkk., 2016). Membran direndam selama 24 jam

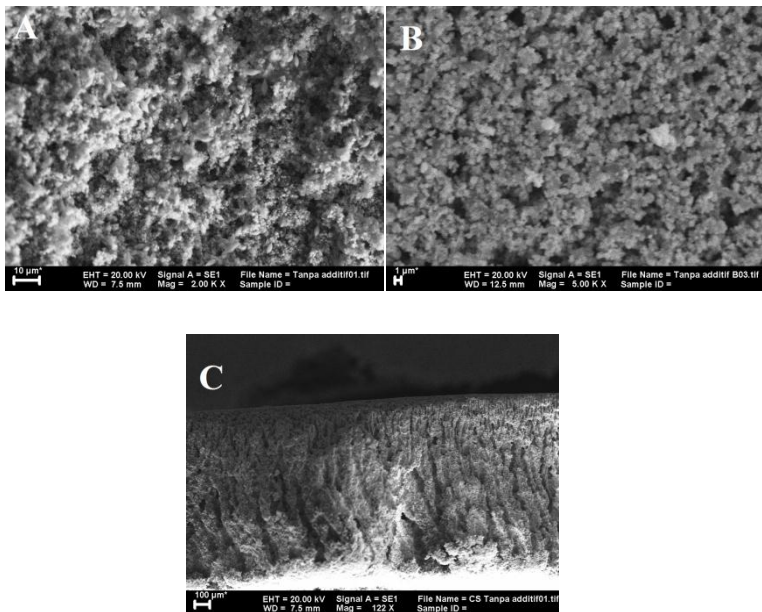
untuk proses pemadatan. Setelah itu, membran diangkat dari bak koagulan dan diperoleh membran mentah padat seperti Gambar 4.3.

Membran mentah yang diperoleh selanjutnya dianalisa morfologinya dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasil SEM ditunjukkan pada gambar 4.4. Gambar 4.4 (A) menunjukkan lapisan rapat membran, (B) lapisan berpori membran dan (C) penampang lintang membran yang terdiri dari lapisan rapat dan lapisan pori. Pada gambar 4 (A) dan (B) partikel perovskit LSCF 6428 terdispersi dengan baik dan saling berhubungan satu sama lain dengan adanya binder polimer seperti yang telah dilaporkan oleh Tan dkk., (2005).

Pada Gambar 4.4 (C) di atas menunjukkan struktur asimetris dengan adanya lapisan rapat dan berpori. Lapisan rapat yang berada pada bagian atas terlihat masih terdapat polimer yang menutupi oksida perovskit. Sedangkan, pada lapisan berpori terbentuk akibat dari proses inversi fasa rendam endap. Pada saat DMSO berada pada larutan campuran polimer sebagai pelarut bertukar dengan aqua-DM sebagai non-pelarut dan salah satu dari larutan tersebut bertindak sebagai jalan untuk pertukaran antara pelarut dan non-pelarut sehingga menghasilkan pori pada permukaan. Untuk pori yang berbentuk *finger like* (bentuk memanjang) terbentuk akibat adanya pertukaran pelarut dan non-pelarut yang cepat. Adanya pergerakan perovskit yang masih ditutupi oleh polimer menuju ke permukaan mengakibatkan terbentuknya ruang kosong sehingga membentuk pori yang berbentuk memanjang dengan porositas yang cukup tinggi seperti yang dilakukan (Tan dkk., 2005). Pertukaran posisi antara pelarut dan non-pelarut mengakibatkan terjadinya proses pengerasan atau solidifikasi (Salim dan Fansuri, 2014).



Gambar 4.3 Membran mentah hasil proses inversi fasa rendam endap

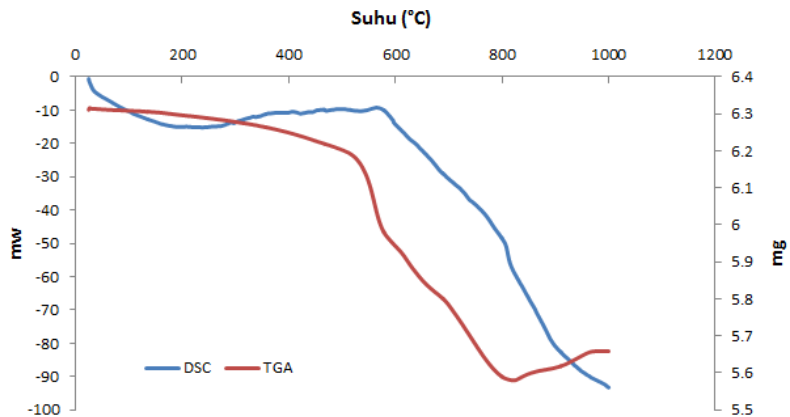


Gambar 4.4 Foto SEM membran mentah (A) lapisan rapat, (B) lapisan berpori , (C) penampang melintang

4.3 Membran Rapat Asimetris LSCF 6428

Proses sintering merupakan tahapan yang utama pada pembentukan membran rapat asimetris karena dapat mempengaruhi struktur dan sifat mekanik dari membran yang meliputi kekuatan, kekerasan dan kerapatan membran. Pada saat proses sintering berlangsung, akan terjadi penguapan polimer dan densifikasi pada permukaan membran sehingga membentuk membran yang rapat.

Sebelum proses sintering dilakukan, membran mentah dianalisa dengan termogravimetri (TGA) dan *differential scanning calorimetry* (DSC). Analisa TGA-DSC dilakukan dengan laju kenaikan suhu $10^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ dari suhu ruang sampai suhu 1000°C . Termogram TGA-DSC dari membran mentah ditunjukkan pada Gambar 4.5.



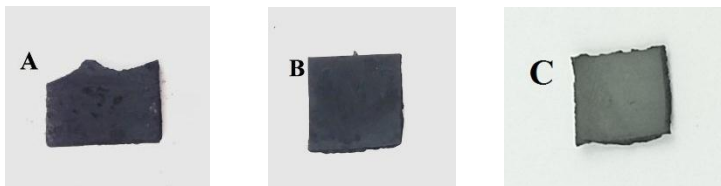
Gambar 4.5 Data TGA membran mentah asimetris LSCF 6428

Dari termogram dapat diperoleh data bahwa adanya pengurangan massa yang signifikan pada suhu $520-560^{\circ}\text{C}$ yang menunjukkan adanya penghilangan polimer PESf yang

diperkirakan merupakan reaksi dekomposisinya. Hal tersebut seperti yang dilaporkan oleh (Tan dkk., 2005) bahwa binder polimer perekat PESf terdekomposisi pada suhu $\pm 600^{\circ}\text{C}$. Pada tahap tersebut terjadi kehilangan massa sebesar 7,81 % yang ditunjukkan dengan adanya dekomposisi pelarut dan PESf. Selain itu juga, terdapat pengurangan massa pada suhu $700\text{--}820^{\circ}\text{C}$ yang diperkirakan sebagai reaksi reoksidasi sebagian oksida perovskit LSCF yang terjadi akibat adanya reduksi saat dekomposisi PESf menjadi CO_2 dan H_2O , sehingga diperkirakan pembentukan fasa perovskit terjadi pada rentang suhu tersebut (Maulidah, 2011) dengan kehilangan berat sebesar 2,71%. Di atas suhu 820°C termogram menunjukkan adanya peningkatan massa dan diikuti grafik yang datar. Hal tersebut menunjukkan bahwa mulai terjadi densifikasi oksida perovskit. Berdasarkan hasil analisis TGA-DSC tersebut maka proses sintering pada membran mentah dilakukan secara bertahap supaya reaksi yang terjadi selama proses sintering sesuai dengan tahap-tahap yang telah terjadi pada hasil termogram TGA-DSC.

Berdasarkan hasil analisis termogram TGA-DSC diatas, maka proses sintering membran mentah perovskit LSCF 6428 dilakukan dalam 2 tahap. Pada tahap pertama, terjadi proses dekomposisi polimer yaitu dari suhu ruang sampai suhu 550°C dan ditahan selama 1 jam, kemudian dilanjutkan pemanasan sampai suhu 700°C dan ditahan selama 1 jam juga. Pemanasan dilakukan dengan *furnace* dan laju kenaikan suhu pada tahap pertama ini diatur $3^{\circ}\text{C}/\text{menit}$. Polimer pada membran diupkan seluruhnya supaya terbentuk pori yang sesuai dengan bentuk pori membran sebelum sintering. Tahap kedua merupakan tahap densifikasi yang bertujuan untuk membentuk membran rapat yang lebih kuat dan tidak mudah

pecah. Pada tahap ini membran dilakukan sintering dengan *furnace* dan laju kenaikan suhu diatur $7^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ dari suhu ruang ke beberapa variasi suhu yaitu 950°C , 1100°C dan 1250°C serta ditahan selama 4 jam. Proses sintering membran dilakukan secara bertahap untuk menghindari membran menjadi rusak akibat terjadinya letupan pada membran. Membran yang telah disinter dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Membran yang telah disinter pada suhu (A) 950°C ; (B) 1100°C dan (C) 1250°C

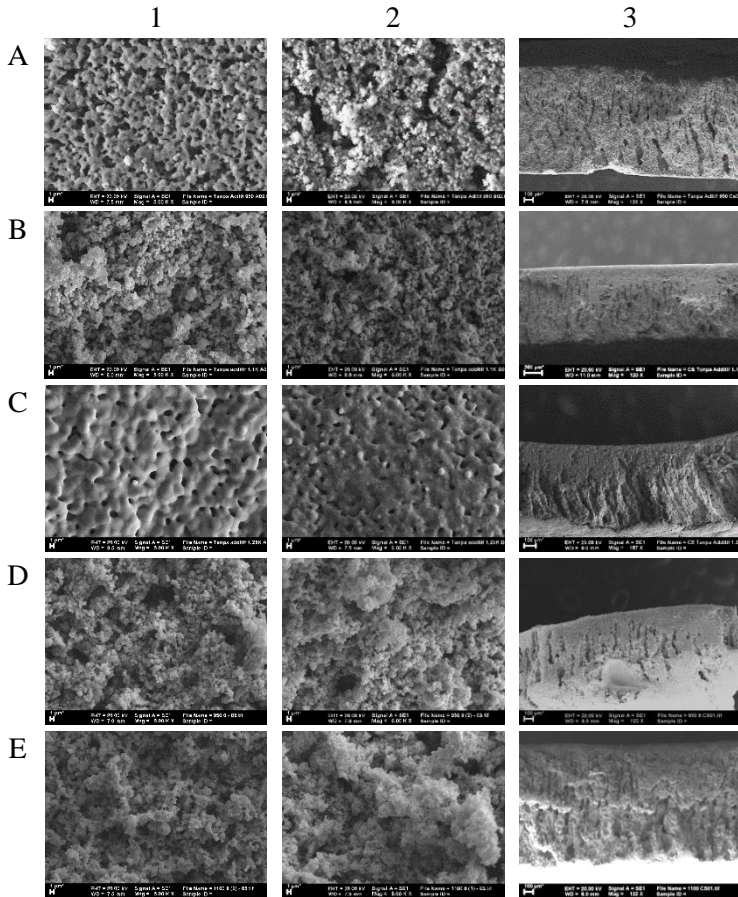
Membran yang telah disinter pada suhu 950°C dapat dilihat pada Gambar 4.6 (A), dimana terlihat bahwa membran masih sangat rapuh karena proses densifikasi membran belum terjadi secara sempurna pada suhu tersebut. Pada suhu ini, telah terjadi dekomposisi polimer dan partikel-partikel pada membran perovskit masih belum menyatu sehingga kerapatan membran berkurang dan sangat mudah rapuh atau retak. Membran yang telah disinter pada suhu 1100°C dapat dilihat pada Gambar 4.6 (B). Membran yang disinter pada suhu tersebut masih menunjukkan bahwa membran tersebut masih mudah rapuh atau retak juga. Membran paling kuat adalah membran yang telah disinter pada suhu 1250°C yang dapat dilihat pada Gambar 4.6 (C). Pada suhu 1250°C mulai terjadi densifikasi yang sempurna dan partikel-partikel membran perovskit mulai menyatu sehingga membran menjadi kuat dan tidak mudah retak akan tetapi membran menjadi melengkung.

Analisa SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dari membran perovskit pada bagian rapat, berpori dan penampang melintang. Pada Gambar 4.7 ditunjukkan perbedaan morfologi membran pada suhu sintering 950°C, 1100°C dan 1250°C yang disinter selama 4 jam serta pada suhu sintering 950°C, 1100°C selama 8 jam. Pada Gambar 4.7 (A1) dan (B1) terdapat lapisan berpori membran yang disinter pada suhu 950°C dan 1100°C selama 4 jam, pada bagian tersebut terbentuk pori-pori antar partikel oksida perovskit LSCF 6428 yang masih besar. Sedangkan pada Gambar 4.7 (C1) membran yang disinter pada suhu 1250°C menunjukkan terbentuknya pori-pori yang lebih kecil dan rapat. Hal tersebut sesuai dengan penelitian Tan dkk., (2005) yang melaporkan bahwa jumlah dan ukuran pori-pori membran mengalami penurunan yang drastis setelah proses sintering. Sehingga semakin besar suhu sintering, maka porositas membran akan berkurang dan membran akan semakin rapat. Hal ini dikarenakan partikel-partikel oksida perovskit telah meleleh menjadi bagian yang menyatu sehingga membuat membran menjadi rapat. Selain itu, pada lapisan rapat membran Gambar 4.7 (A2), (B2) dan (C2) juga menunjukkan kecenderungan yang sama, dimana semakin tinggi suhu sintering maka membran akan semakin rapat.

Gambar 4.7 (A3), (B3) dan (C3) menunjukkan hasil analisa SEM dari penampang lintang membran yang telah disinter pada variasi suhu. Gambar tersebut menunjukkan adanya perbedaan pada lapisan rapat dan berpori. Gambar 4.7 (A3) dan (B3) menunjukkan bahwa penampang lintang membran yang disinter pada suhu 950°C dan 1100°C selama 4 jam masih memiliki pori-pori yang besar sehingga membran sangat rapuh. Porositas dari penampang lintang membran

paling kecil terlihat pada Gambar 4.7 (C3) dimana membran disinter pada suhu 1250°C dan memiliki bentuk pori yang seragam dan membran menjadi kuat. Membran yang disinter pada suhu 950°C dan 1100°C selama 8 jam ditunjukkan pada Gambar 4.7 (D) dan (E). Membran yang disinter pada suhu 950°C dan 1100°C selama 8 jam memiliki pori-pori yang lebih kecil dibandingkan dengan membran yang disinter pada suhu 950°C dan 1100°C selama 4 jam.

Wang dkk., (2009) melaporkan bahwa membran yang disinter pada suhu tinggi, akan mengalami penyusutan (*shrinkage*). Hal tersebut terjadi karena saat proses sintering terjadi penghilangan polimer perekat dan partikel-partikel anorganiknya menyatu (sinter). Prosentase penyusutan membran rapat LSCF 6428 dapat dilihat pada Tabel 4.1. Tingkat penyusutan merupakan fungsi dari beberapa faktor seperti ukuran partikel dan distribusi serbuk keramik, kandungan polimer pada prekursor serta suhu sintering (Wang dkk., 2009). Dari Tabel 4.1 dapat dilihat bahwa penyusutan paling besar terjadi pada suhu 1250°C yang disinter selama 4 jam sebesar 55,88%. Hal ini disebabkan oleh partikel oksida perovskit yang mendekati titik lelehnya sehingga menyatu dan membuat membran semakin rapat. Selain itu juga, membran yang disinter pada suhu 950°C dan 1100°C selama 8 jam memiliki penyusutan yang cukup besar bila dibandingkan dengan waktu sinter selama 4 jam yaitu sebesar 29,41 % dan 41,17%. Hal tersebut menunjukkan bahwa, waktu sintering memiliki pengaruh terhadap menyatunya partikel-partikel oksida perovskit yang reaksinya berjalan lebih lambat pada suhu yang lebih rendah.



Gambar 4.7 Foto SEM membran asimetris LSCF 6428 setelah disinter dengan variasi suhu: (A) 950°C selama 4 jam; (B) 1100°C selama 4 jam; (C) 1250°C selama 4 jam; (D) 950°C selama 8 jam; (E) 1100°C selama 8 jam. (1) lapisan berpori; (2) lapisan rapat; (3) penampang lintang.

Tabel 4.1 Penyusutan Membran Rapat Asimetris Setelah Sintering

Kondisi sintering	Ketebalan awal (cm)	Ketebalan setelah sintering (cm)	Penyusutan (%)
1250°C 4 jam	0,170	0,075	55,88
1100°C 4 jam	0,170	0,150	11,76
950°C 4 jam	0,170	0,160	5,88
1100°C 8 jam	0,170	0,10	41,17
950°C 8 jam	0,170	0,120	29,41

Dilamping penyusutan, dilakukan pula pengukuran volume pori membran asimetris LSCF 6428. Pada Tabel 4.2 ditunjukkan volume pori membran terhadap variasi suhu sintering. Volume pori ditentukan dari selisih massa membran sebelum dan sesudah membran dimasukkan ke dalam air mendidih dengan rentang waktu yang sama. Volume pori membran asimetris ditentukan dari jumlah air yang terserap oleh membran. Membran dengan suhu sintering 1250°C memiliki volume pori paling kecil yaitu sebesar 0,07 mL/g. Hal tersebut sesuai dengan hasil SEM pada Gambar 4.7 (C) yang menunjukkan bahwa membran dengan suhu sintering 1250°C memiliki pori-pori yang lebih kecil. Sedangkan membran yang disinter pada suhu 950°C dan 1100°C selama 4 jam memiliki volume pori lebih besar dibandingkan dengan membran yang disinter pada suhu 950°C dan 1100°C selama 8 jam yaitu sebesar 0,25 mL/g dan 0,13 mL/g.

Tabel 4.2 Hasil Pengukuran Volume Pori Membran Asimetris LSCF 6428

Membran	Variasi Suhu Sintering	Volume Pori (mL/g)
LSCF 6428	1250°C selama 4 jam	0,07
	1100°C selama 4 jam	0,21
	950°C selama 4 jam	0,45
	1100°C selama 8 jam	0,13
	950°C selama 8 jam	0,25

4.4 Pengujian Kekerasan Membran

Membran rapat asimetris LSCF 6428 merupakan membran yang mudah rapuh. Pengujian kekerasan berfungsi untuk mengetahui sifat mekanik dari membran tersebut. Pada pengujian ini diberikan indentasi dengan beban 0,5 N dan ditahan selama 10 detik menyebabkan membran retak. Selain itu juga, pengujian kekerasan membran ini diambil lima titik pada membran. Akan tetapi, membran yang telah disinter pada suhu 950°C dan 1100°C tidak dapat diuji kekerasannya dikarenakan membran sangat rapuh sedangkan untuk membran yang telah disinter pada suhu 1250°C nilai kekerasannya dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Nilai kekerasan membran pada suhu sintering 1250°C bervariasi dari 278,9 sampai 488,9 Hv. Hal ini menunjukkan bahwa kekerasan membran masih tidak merata yang disebabkan oleh distribusi partikel oksida perovskit yang kurang merata saat proses densifikasi. Kekerasan membran berkaitan dengan kerapatan membran, sehingga semakin rapat membran maka akan semakin tinggi kekerasannya.

Tabel 4.3 Kekerasan Membran Rapat Asimetris LSCF 6428

Suhu Sintering	No.	D ₁ (μm)	D ₂ (μm)	Hv(Kgf/ mm^2)	Rata-rata Hv (Kgf/ mm^2)
1250°C	1	32,24	29,74	386,2	412,36
	2	20,88	34,20	488,9	
	3	27,88	29,13	456,4	
	4	26,14	31,19	451,4	
	5	37,84	35,09	278,9	

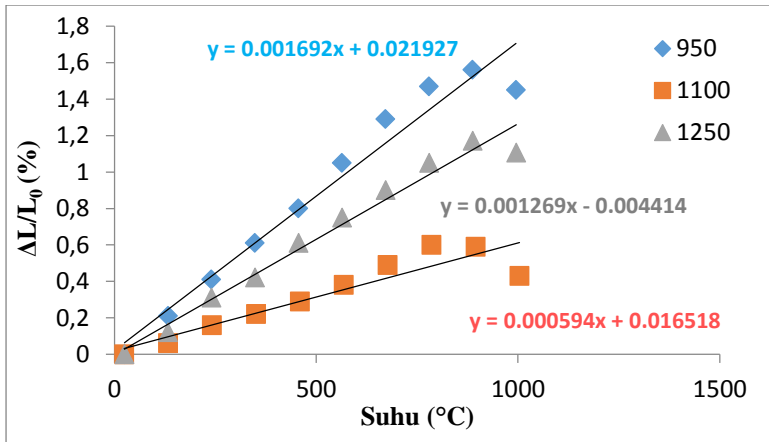
4.5 Koefisien Muai Panas Membran Rapat Asimetris LSCF 6428

Koefisien muai panas dari membran asimetris hasil sintering diuji dengan TMA (*Thermal Mechanical Analysis*) dalam atmosfer udara dengan beban yang diberikan sebesar 0,02 N yang diukur dari suhu ruang sampai suhu 1000°C dan laju kenaikan 10°C/menit. Nilai koefisien muai panas dari membran asimetris dapat dilihat pada Tabel 4.4. Koefisien muai panas berhubungan dengan peningkatan jarak antara logam-oksigen yang diikuti dengan pertambahan volume sel kristal karena pengaruh suhu, sehingga disebut dengan pemuaian panas (Fansuri dkk., 2017). Selain itu, koefisien muai panas juga dipengaruhi oleh sifat fisik dan kimia. Sifat fisik berpengaruh pada nilai koefisien muai panas membran dikarenakan membran memiliki struktur yang asimetris dengan lapisan rapat dan berpori. Oleh sebab itu, semakin banyak pori-pori pada membran maka semakin tinggi nilai koefisien muai panasnya (Machfudzoh dkk., 2014). Namun, pada penelitian ini sifat kimia tidak berpengaruh karena material yang digunakan semuanya sama.

Pada Gambar 4.8 terlihat membran asimetris LSCF 6428 yang disinter pada suhu 950°C memiliki nilai koefisien muai panas paling besar dibandingkan dengan suhu sintering 1100°C dan 1250°C. Namun, saat suhu lebih dari 800°C, membran asimetris mengalami penurunan dimensi. Hal tersebut kemungkinan disebabkan oleh penyusutan membran akibat suhu yang tinggi. Menurut Mongkolkachit dkk., (2008) pemuaian panas terjadi akibat kehilangan kisi oksigen sehingga membentuk kekosongan oksigen.

Tabel 4.4 Nilai Koefisien Muai Panas Membran Asimetris LSCF 6428

Rentang suhu (°C)	Koefisien Muai Panas ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) pada 950°C	Rentang suhu (°C)	Koefisien Muai Panas ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) pada 1100°C	Rentang suhu (°C)	Koefisien Muai Panas ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) pada 1250°C
30-237	17,79	30-186	7,28	30-193	14,53
238-391	19,75	187-261	9,11	194-397	12,27
392-538	21,7	262-501	6,57	398-786	13,82
539-873	18,79	502-833	10,03	787-907	11,53
874-999	-7,44	834-999	-11,09	908-999	-8,67



Gambar 4. 8 Hasil TMA membran asimetris LSCF 6428

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Membran rapat asimetris $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF 6428) telah berhasil disintesis dengan metode inversi fasa rendam endap. Membran yang dihasilkan memiliki morfologi asimetris dengan adanya lapisan rapat yang tipis dan lapisan berpori yang berstruktur memanjang (*finger-like*). Morfologi dan sifat mekanik membran juga dipengaruhi oleh suhu sintering. Pada suhu sintering 1250°C dihasilkan membran dengan lapisan rapat yang lebih rapat dan lapisan berpori yang ukuran porinya lebih kecil. Sedangkan pada suhu sintering 1100°C dan 950°C dihasilkan membran dengan kerapatan yang masih rendah dan membran mudah rapuh serta memiliki ukuran pori yang masih besar. Selain itu, semakin besar suhu sintering maka akan mengakibatkan penyusutan semakin besar juga serta semakin lama waktu sintering juga mengakibatkan penyusutan semakin besar.

Hasil pengujian kekerasan membran rapat asimetris LSCF 6428 menggunakan metode *Micro Vickers Hardness* menunjukkan bahwa membran yang disinter pada suhu 1250°C lebih keras yaitu sekitar 278,9 sampai 488,9 Hv dibandingkan dengan suhu sinter 950°C dan 1100°C yang tidak dapat diamati karena membran terlalu rapuh. Koefisien muai panas membran asimetris diuji dengan TMA menunjukkan bahwa membran yang di sinter pada suhu 950°C memiliki koefisien muai panas paling tinggi dibandingkan dengan yang disinter pada 1250°C dan 1100°C .

5.2 Saran

Pada penelitian selanjutnya dapat dilakukan mengenai pengaruh suhu sintering yang lebih tinggi dengan waktu penahanan yang berbeda-beda untuk mengetahui pengaruh lama waktu penahanan terhadap morfologi membran asimetris. Selain itu, perlu juga dipelajari tentang koefisien muai panas membran.

DAFTAR PUSTAKA

- Callister, W. D. dan Rethwisch, D. G. (2007). Material Science and Engineering An Introduction Seventh Edition. United States of America: John Wiley and Sons, Inc.
- Dahlan, H. (2000). Pengaruh Variasi Beban Indentor Micro Hardness Tester Terhadap Akurasi Data Uji Kekerasan Material. *Urania*, No. 23-24.
- Fakhrabadi, A. A., Sathiskumar, P., Ramam, K., Palma, R., Mangalaraja, R. V. (2015). Low Frequency Ultrasound Assisted Synthesis of $\text{La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF) Perovskite Nanostructures. *Journal Powder Technology*, 276, 200-203.
- Fansuri, H., Martianingsih, N., Said, Nurul F. (2010). SEM-EDX dan Spektrometri Sinar-X (XRF). Surabaya : Lab. Studi Energi dan Rekayasa ITS.
- Fansuri, H., Syafi'i, M. I., Romdoni, S., Masyitoh, A. D., Utomo, W. P., Prasetyoko, D., Widiastuti, N., Murwani, I. K., Subaer. (2017). Preparation of Dense $\text{Ba}_x\text{Sr}_{x-1}\text{Co}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_3$ Membranes: Effect of Ba^{2+} Substituents and Sintering Method to The Density, Hardness and Thermal Expansion Coefficient of The Membranes. *Advance Materials Letters*, 8(7), 799-806.
- Feng, L. M., Jiang, L. Q., Zhu, M., Liu, H. B., Zhou, X., Li, C. H. (2008). Formability of ABO_3 cubic perovskites. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 69(4), 967–974.
- Goldwasser, M., Rivas, M., Lugo, M., Pietri, E., Perez, Z., Cubeiro, M. L., Constant, A. G., Leclercq, G. (2005). Combined Methane Reforming in presence of CO_2 and

- O₂ Over LaFe_{1-x}Co_xO₃ Mixed-Oxide Perovskites as Catalysts Precursors. *Catalysis Today*, 107, 106-113.
- Husnah, K.D. dan Fansuri, H. (2014). Pembuatan Membran Datar Asimetris CaTiO₃. *Jurnal Sains dan Seni POMMITS*, 2, 1-7.
- Ishihara, T. (2008). Perovskite Oxide for Solid Oxide Fuel Cells. New York: Springer Science and Business Media.
- Lalia, B. S., Kochkodan, V., Hashaikheh, R., Hilal, N. (2013). A review on membrane fabrication: Structure, properties and performance relationship. *Desalination*, 326, 77-95.
- Lee, S., Lee, K., Woob, K., Kim, W., Ishihara, T., Kima, D. (2002). Oxygen-permeating Property of LaSrBFeO₃ (B=Co,Ga) Perovskite Membrgane Surface-modified by LaSrCoO₃. *Solid State Ionics*, 158, 287-296.
- Kostogloudis, G. C. dan Ftikos, Ch. (1999). Properties of A-Site-Deficient La_{0,6}Sr_{0,4}Co_{0,2}Fe_{0,8}O_{3-δ} Based Perovskite Oxides. *Solid State Ionics*, 126, 14-151.
- Machfudzoh, M., Fansuri, H., Purwanti, E.(2014). Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Morfologi dan Sifat Mekanik Membran Rapat Asimetris CaTiO₃. *Jurnal Sains dan Seni POMITS*, 1, 1-5.
- Maulidah, N., dan Fansuri, H. (2010). Sintesis Dan Karakterisasi Oksida Perovskit La_{1-x}Sr_xC_{1-y}Fe_yO_{3-δ} (0,0≤x,y≤0,5) Dengan Metode Solid-State. *Prosiding Skripsi*.
- Mohamed, H., Othman, M. H., Mutalib, M., Rahman, M., Jaafar, J., Ismail, A. (2016). Structural Control of NiO-YSZ/LSCF-YSZ Dual-Layer Hollow FiberMembrane for Potential Syngas Pduction. *Journal Application Ceramic, Technology*, 13, 799-809.

- Mongkolkachit, C. dan Wanakiti, S. (2008). Characterization of $(\text{La,Sr})(\text{Co,Fe})\text{O}_{3-\delta}$ Ferrit-Based Cathodes for Intermediate Temperature SOFCs. *Journal of Metals, Materials and Minerals*, 13 (2) 33-36.
- Mulder, M. (1992). Basic Principles of Membrane Technology. The Netherlands: Kluwer Academic Publishers.
- Mundschau, M. V, Burk, C. G., Jr, D. A. G. (2008). Diesel fuel reforming using catalytic membrane reactors , 136, 190–205.
- Nurherdiana, S. D., Sholichah, N., Iqbal, R.M., Sahasrikirana, M., Utomo, W. P., Akhlus, S., Nurlina., Fansuri, H. (2017). Preparation of $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta}$ (LSCF 7328) by Combination of Mechanochemical and Solid State Reaction. *Symposium on Materials Science and Engineering*, 399-403.
- Prasetyoko, D., Fansuri, H., Ni'mah Y. L., Fadlan, A. (2016). Karakterisasi Struktur Padatan. Yogyakarta : Deepublish.
- Ren, J., Zhou, J., Deng, M. (2010). *Separation and Purification Technology*, 74, 119-129.
- Salim, A., dan Fansuri, H. (2014). Pembuatan Membran Asimetris $\text{La}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{Co}_{0,8}\text{Fe}_{0,2}\text{O}_{3-\delta}$ Berbentuk Datar. *Jurnal Sains dan Seni POMMITS*, 1, 1-3.
- Setyaningsih, E. P., Machfudzoh, M., Utomo, W. P., Fansuri, H. (2016). Preparation of CaTiO_3 Asymmetric Membranes Using Polyetherimide as Binder Polymer. *Indonesian Journal of Chemistry*, 16 (1), 20-24.
- Scott, S. P., Mantzavinos, D., Hartley, A., Sahibzada, M., Metcalfe, I. S. (2002). Reactivity of LSCF perovskites, 153, 777–781.
- Tai, L. W., Nasrallah, M. M., Anderson, H. U., Sparlin, D. M.

- Sehlin, S. R. (1995), Structure and electrical properties of $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Co}_{1-y}\text{Fe}_y\text{O}_3$. Part 2. The system $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_3$, *Solid State Ionics*, 76, 273– 83.
- Tan, X., Liu, Y., Li, K. (2005). Preparation of LSCF Ceramic Hollow-Fiber Membranes for Oxygen Production by a Phase-Inversion / Sintering Technique, 61–66.
- Tan, X., Wang, Z., Li, K. (2010). Effects of Sintering on the Properties of $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_{3-\delta}$ Perovskite Hollow Fiber Membranes. *Industrial and Engineering Research*, 2895-2901.
- Tien-Thao, N., Zahedi-Niaki, M. H., Alamdari, H., Kaliaguine, S. (2007). Conversion of syngas to higher alcohols over nanosized $\text{LaCo}_{0.7}\text{Cu}_{0.3}\text{O}_3$ perovskite precursors. *Applied Catalysis A: General*, 326(2), 152–163.
- Utami, Z. D., dan Fansuri, H. (2014). Pembuatan Membran Perovskit CaTiO_3 dengan Metode Inversi Fasa Menggunakan Polieterimida dan Aditif olietilen Glikol. *Jurnal Sains dan Seni POMITS*, 2, 1-4.
- Valderrama, G., Kiennemann, A., Goldwasser, M. (2008). Dry Reforming of CH_4 Over Solid Solution of $\text{LaNi}_{1-x}\text{CoO}_3$. *Catalyst Today*, , 142-148.
- Wang, Z., Yang, N., Meng, B., Tan, X. (2009). Preparation and Oxygen Permeation Properties of Highly Asymmetric $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.4}\text{Co}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_{3-\delta}$ Perovskite Hollow-Fiber Membranes , 510–516.
- Wei, H.J., Cao, Y., Ji, W.J., Au, C. T. (2008), Lattice Oxygen of $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MO}_3$ (M=Mn, Ni) and $\text{LaMnO}_{3-\delta}\text{F}_\beta$ Perovskite Oxide for The Partial Oxidation of Methane to Synthesis Gas, *Catalysis Communications*, 9, 2509-2514.
- West, A. R. (1984), Solid State Chemistry and Its

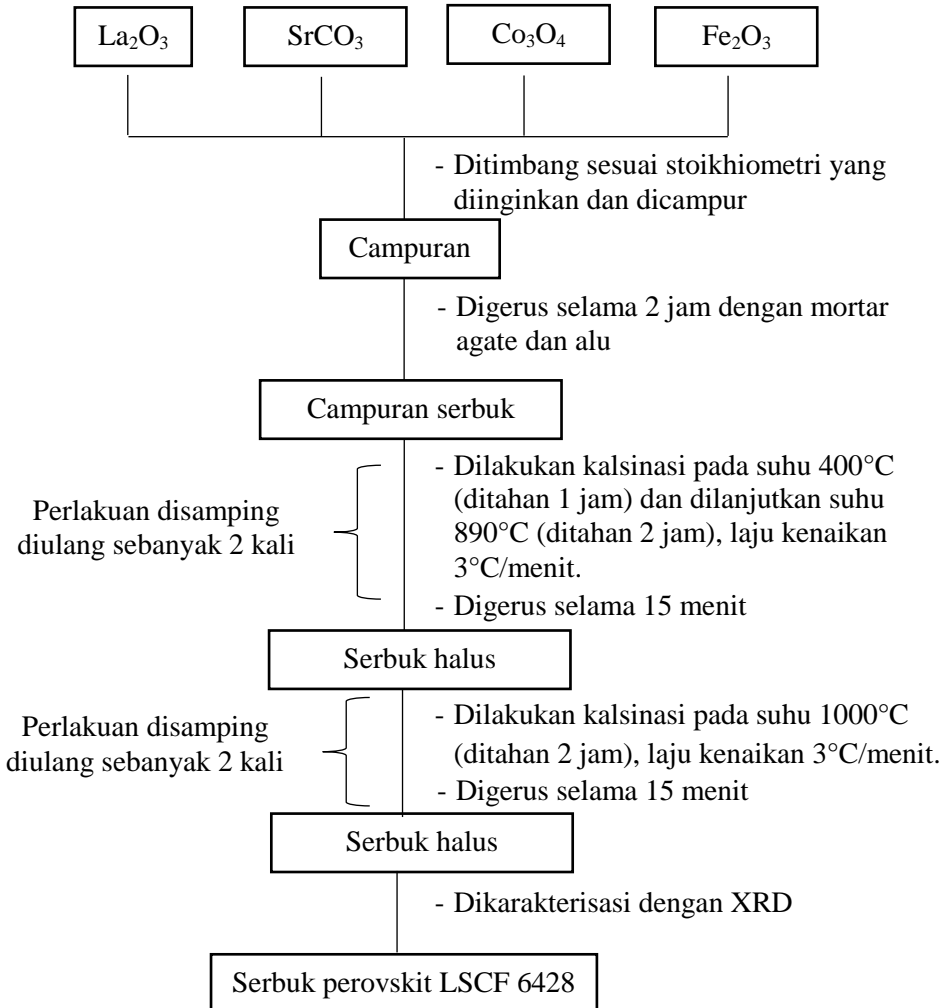
- Applications. New York: John Willey and Sons.
- Yuan, R., He, W., Zhang, Y., Gao, J., Chen, C. (2016). Preparation and characterization of supported planar. *Journal of Membrane Science*, 499, 335–342.
- Zen, P., Ran, R., Chen, Z., Gu, H., Shao, Z., Costa, J. D., Liu, S., (2007). Significant Effects of Sintering Temperature on the Performance of $\text{La}_{0.6}\text{Sr}_{0.2}\text{Fe}_{0.8}\text{O}_{3-\delta}$ Oxygen Selective Membranes. *Journal of Membrane Science*, 171-179.
- Zeng, P. C. (2007). Re-evaluation of $\text{Ba}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{0.2}\text{O}_{3-\delta}$ Perovskite as Oxygen Semi-permeable Membrane. *Journal of Membrane Science*, 148-156.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

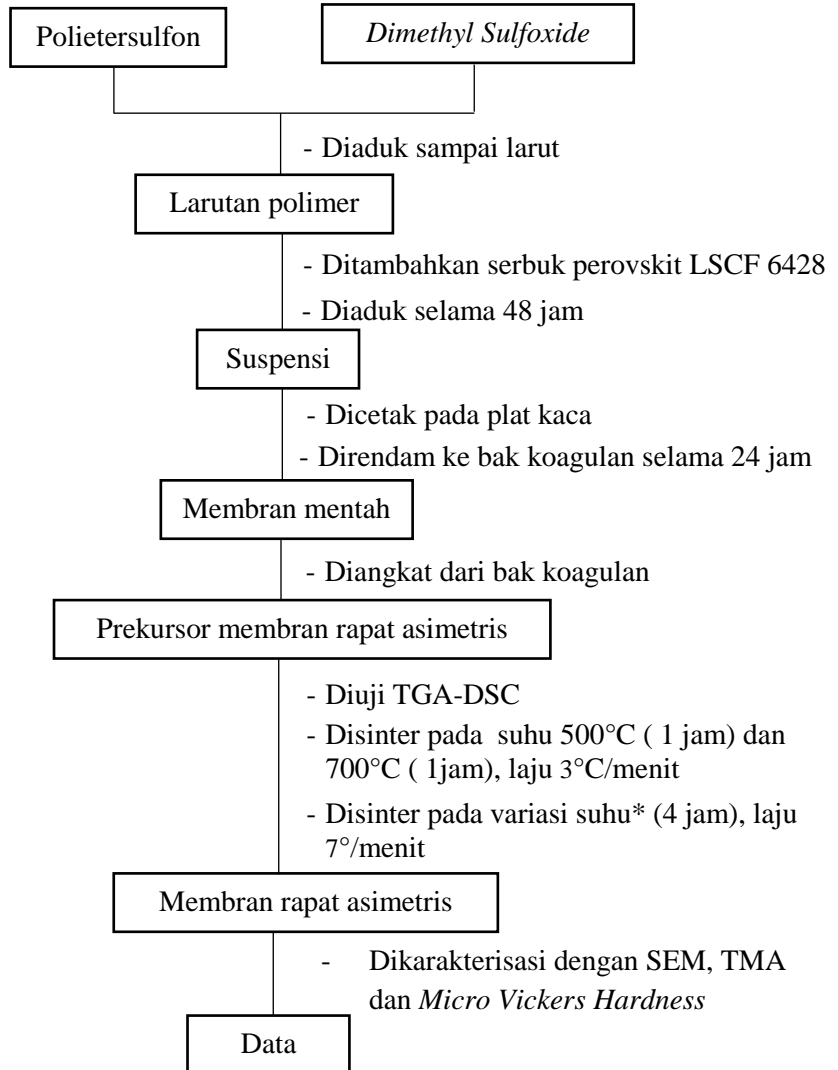
LAMPIRAN A

Skema Kerja

1. Sintesis Oksida Perovskit LSCF 6428



2. Preparasi Membran Rapat Asimetris Perovskit LSCF 6428



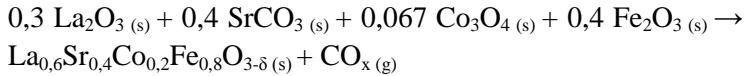
*Suhu 950°C, 1100°C dan 1250°C

LAMPIRAN B

Perhitungan

1 Perhitungan Sintesis LSCF 6428

- Reaksi yang terjadi :



- Data berat molekul

$$\text{Mr La}_{0,6}\text{Sr}_{0,4}\text{Co}_{0,2}\text{Fe}_{0,8}\text{O}_{3-\delta} = 222,8576 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr La}_2\text{O}_3 = 325,82 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr SrCO}_3 = 147, 62 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr Co}_3\text{O}_4 = 240,79 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr Fe}_2\text{O}_3 = 159,674 \text{ g/mol}$$

- Massa produk yang diinginkan adalah 75 gram.
- Perhitungan mol LSCF 6428

$$\begin{aligned} \text{Mol produk yang diinginkan} &= \frac{\text{massa produk yang diinginkan}}{\text{Mr}} \\ &= \frac{75 \text{ g}}{222,8576 \text{ g/mol}} \\ &= 0,336 \text{ mol} \end{aligned}$$

- Perhitungan massa prekursor yang dibutuhkan

- La_2O_3

$$\text{Mol La}_2\text{O}_3 = 0,3 \times 0,336 \text{ mol}$$

$$= 0,1008 \text{ mol}$$

$$\text{Massa La}_2\text{O}_3 = \text{mol} \times \text{Mr La}_2\text{O}_3$$

$$= 0,1008 \text{ mol} \times 325,82 \text{ g/mol}$$

$$= 32, 8426 \text{ g}$$

- SrCO_3

$$\text{Mol SrCO}_3 = 0,4 \times 0,336 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}
 &= 0,1344 \text{ mol} \\
 \text{Massa SrCO}_3 &= \text{mol} \times \text{Mr SrCO}_3 \\
 &= 0,1344 \text{ mol} \times 147,62 \text{ g/mol} \\
 &= 19,840 \text{ g}
 \end{aligned}$$

- Co_3O_4

$$\begin{aligned}
 \text{Mol Co}_3\text{O}_4 &= 0,067 \times 0,336 \text{ mol} \\
 &= 0,0225 \text{ mol} \\
 \text{Massa Co}_3\text{O}_4 &= \text{mol} \times \text{Mr Co}_3\text{O}_4 \\
 &= 0,0225 \text{ mol} \times 240,79 \text{ g/mol} \\
 &= 5,418 \text{ g}
 \end{aligned}$$

- Fe_2O_3

$$\begin{aligned}
 \text{Mol Fe}_2\text{O}_3 &= 0,4 \times 0,336 \text{ mol} \\
 &= 0,1334 \text{ mol} \\
 \text{Massa Fe}_2\text{O}_3 &= \text{mol} \times \text{Mr Fe}_2\text{O}_3 \\
 &= 0,1334 \text{ mol} \times 159,674 \text{ g/mol} \\
 &= 21,3005 \text{ g}
 \end{aligned}$$

2. Perhitungan Komposisi Polimer, Pelarut dan Serbuk Perovskit

Komposisi PESf : DMSO : LSCF 6428 = 5,23% : 42,66% : 52,11% berat/berat

Jumlah larutan suspensi polimer = 12,80 gram

ρ *Dimethyl Sulfoxide* = 1,092 g/mL

- Massa Polietersulfon = $5,23\% \times 12,80 \text{ gram}$
= 0,67 gram

- Volume DMSO = (m / ρ)
= $\frac{(42,66\% \times 12,80 \text{ gram})}{1,092 \text{ g/mL}}$
= 5,00 mL

- Massa Perovskit LSCF 6428 = $52,11\% \times 12,80 \text{ gram}$
= 6,67 gram

3. Perhitungan Nilai Kekerasan

$$\begin{aligned}
 L &= \frac{1}{2} \times (D_1 + D_2) \\
 &= \frac{1}{2} \times (0,03224 + 0,02974) \\
 &= 0,03099 \text{ mm} \\
 H_v &= 1,854 \times \frac{P}{L^2} \\
 &= 1,854 \times \frac{0,2 \text{ Kgf}}{(0,03099 \text{ mm})^2} \\
 &= 386,2 \text{ Kgf/mm}^2
 \end{aligned}$$

Tabel 1. Nilai Kekerasan Membran Asimetris LSCF 6428

Suhu Sintering (°C)	No .	D ₁ (μm)	D ₂ (μm)	D ₁ (mm)	D ₂ (mm)	L (mm)	L rata-rata (mm ²)	Hv (Kgf/mm ²)
1250	1	32,24	29,74	0,03224	0,02974	0,03099	0.00096	386,2
	2	20,88	34,20	0,02088	0,03420	0,02754	0.000758	488,9
	3	27,88	29,13	0,02788	0,02913	0,028505	0.000813	456,4
	4	26,14	31,19	0,02614	0,03119	0,028665	0.000822	451,4
	5	37,84	35,09	0,03784	0,03509	0,036465	0.00133	278,9

4. Perhitungan Volume Pori Membran Asimetris

- Massa awal membran sinter 1250°C (4 jam) (m_0) = 0,1256 g
- ρ air = 1 g/mL
- Massa akhir membran (m_1) = 0,1345 g
- $$\text{Vol pori} = \frac{m_1 - m_0}{\rho \times m_0}$$

$$= \frac{0,1345 \text{ g} - 0,1256 \text{ g}}{1 \text{ g/mL} \times 0,1256 \text{ g}}$$

$$= 0,0709 \text{ mL/g}$$

Tabel 2. Hasil Perhitungan Volume Pori Membran Asimetris LSCF 6428

Membran	Variasi Suhu Sintering	Massa awal (g)	Massa akhir (g)	Selisih massa (g)	Volume Pori (mL/g)
LSCF 6428	1250°C (4 jam)	0.1256	0.1345	0.0089	0,07
	1100°C (4 jam)	0.0409	0.0496	0.0087	0.21
	950°C (4 jam)	0.0519	0.0754	0.0235	0.45
	1100°C (8 jam)	0.1394	0.1577	0.0183	0,13
	950°C (8 jam)	0.1251	0.1564	0.0313	0,25

5. Perhitungan Penyusutan Membran Asimetris

- Ketebalan awal membran (l_0) = 0,17 cm
- Ketebalan membran setelah disinter 1250°C (4 jam) (l_1) = 0,075 cm
- Penyusutan membran = $\left\{ \frac{l_0 - l_1}{l_0} \right\} \times 100\%$

$$= \left\{ \frac{0,17 \text{ cm} - 0,075 \text{ cm}}{0,17} \right\} \times 100\%$$

$$= 55,88 \%$$

Tabel 3. Hasil perhitungan penyusutan membran asimetris LSCF 6428

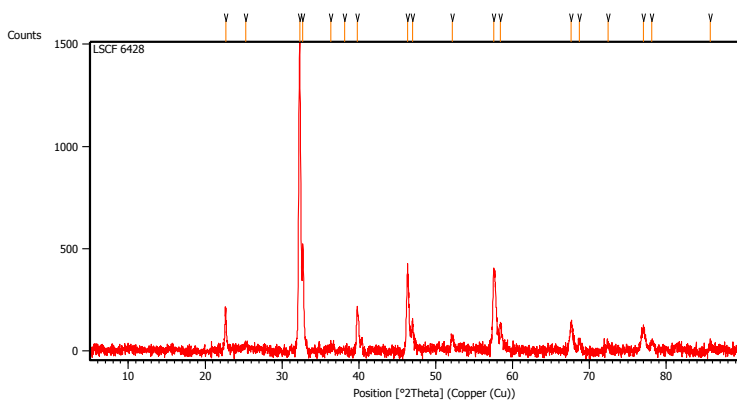
Membran	Ketebalan awal (cm)	Ketebalan setelah sintering (cm)	Selisih ketebalan (cm)	Penyusutan (%)
Setelah sinter 1250°C 4 jam	0,17	0,075	0,095	55,88
Setelah sinter 1100°C 4 jam	0,17	0,15	0,02	11,76
Setelah sinter 950°C 4 jam	0,17	0,16	0,01	5,88
Setelah sinter 1100°C 8 jam	0,17	0,1	0,07	41,17
Setelah sinter 950°C 8 jam	0,17	0,12	0,05	29,41

LAMPIRAN C

Hasil Karakterisasi XRD LSCF 6428

Dataset Name	LSCF 6428
File name	E:\DATA
PENGUJIAN\Pembimbing\P. Hamzah\Lia\LSCF 6428\LSCF 6428.rd	
Comment	Configuration=Reflection
Transmission Sp (Theta/Theta); Mini	Goniometer=PW3050/60
Measurement Date / Time	4/12/2017 11:00:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary(scan)(.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [$^{\circ}$ 2Th.]	5.0084
End Position [$^{\circ}$ 2Th.]	89.9744
Step Size [$^{\circ}$ 2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [$^{\circ}$ 2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [$^{\circ}$]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [$^{\circ}$ C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [\AA]	1.54060
K-Alpha2 [\AA]	1.54443
K-Beta [\AA]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV

Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	Yes

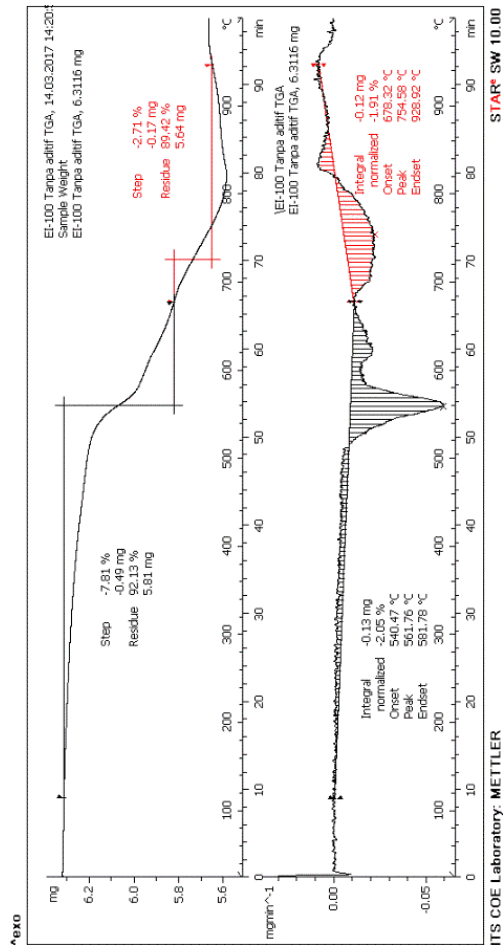


Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
22.7042	174.44	0.1004	3.91662	11.51
25.2447	25.75	0.4015	3.52792	1.70
32.3009	1515.23	0.1506	2.77155	100.00
32.7046	531.83	0.1338	2.73826	35.10
36.3135	16.45	0.5353	2.47398	1.09
38.1488	10.11	0.9368	2.35908	0.67
39.7936	232.00	0.1171	2.26528	15.31
46.3320	382.32	0.3011	1.95970	25.23
46.9818	152.88	0.1338	1.93410	10.09

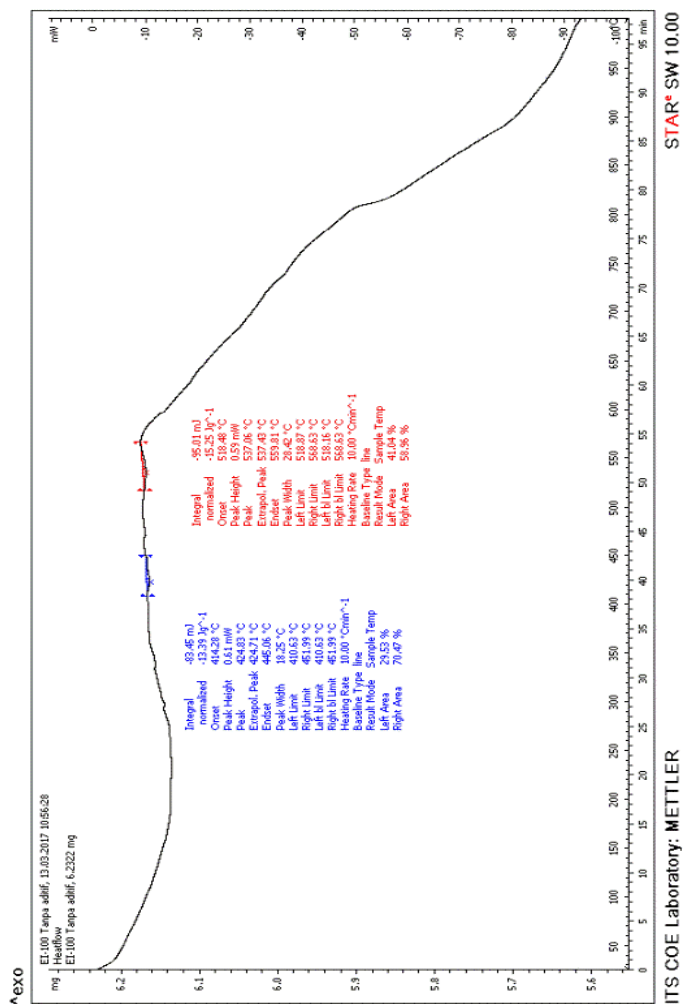
52.1353	55.03	0.3346	1.75439	3.63
57.5432	402.01	0.2676	1.60172	26.53
58.4310	134.73	0.1338	1.57948	8.89
67.6089	128.31	0.2007	1.38568	8.47
68.6916	55.13	0.3346	1.36646	3.64
72.3901	35.50	0.3346	1.30549	2.34
77.0038	111.14	0.5353	1.23837	7.33
78.1284	45.66	0.4015	1.22334	3.01
85.7340	26.76	0.5353	1.13323	1.77

LAMPIRAN D

Thermogram TGA/DSC Membran Mentah LSCF 6428



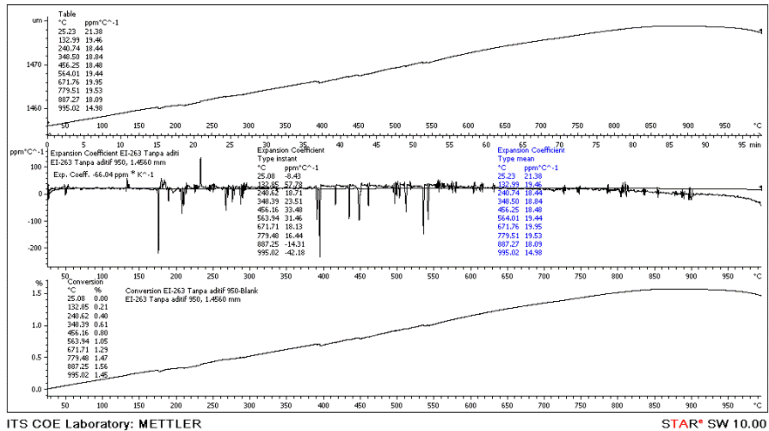
Gambar 1. Hasil Thermogram TGA Membran rapat asimetris LSCF 6428



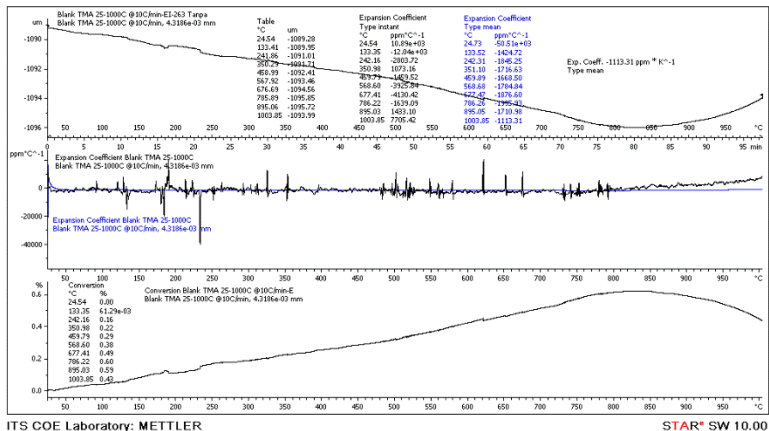
Gambar 2. Hasil Thermogram DSC Membran rapat asimetris LSCF 6428

LAMPIRAN E

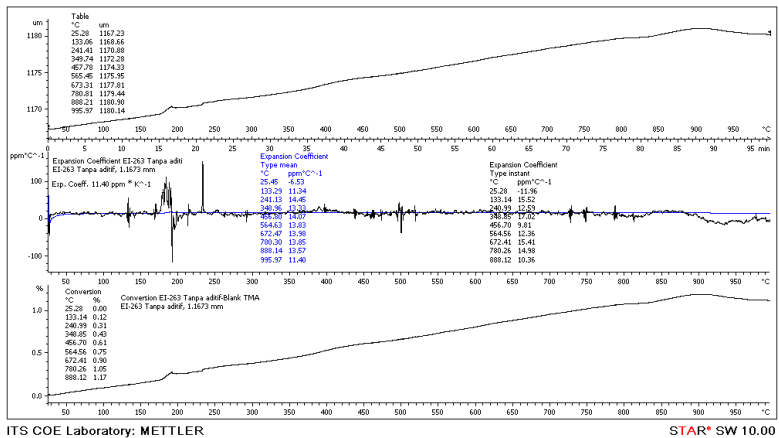
Thermomechanical Analysis (TMA)



Gambar 1. Hasil nilai uji TMA membran rapat asimetris LSCF 6428 dengan suhu sinterring 950 °C 4 jam



Gambar 2. Hasil nilai uji TMA membran rapat asimetris LSCF 6428 dengan suhu sinterring 1100 °C 4 jam



ITS COE Laboratory: METTLER

STAR[®] SW 10.00

Gambar 3. Hasil nilai uji TMA membran rapat asimetris LSCF 6428 dengan suhu sintering 1250 °C 4 jam

LAMPIRAN F

Micro Vickers Hardness



FORMULIR TEKNIS

LABORATORIUM ENERGI DAN LINGKUNGAN
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN MASYARAKAT
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER

LAPORAN HASIL PENGUJIAN (BENTUK SEDERHANA)

No. Kaji Ulang Permintaan, Tender dan Kontrak	:	
Nama Pelanggan	:	M. Hicman Hicab
Alamat Pelanggan	:	Jl. KH. Ahmad Dahlan No. 558
Nama Contoh	:	PENGUKUT UUT B428
Metode Pengujian	:	Force 0.1 kgf & 0.2 kgf
Kode Contoh	:	61-0333
Tanggal Terima	:	26 Mei 2019
Tanggal Pengujian	:	6 Juni - 7 Juni 2019
Tanggal Selesai	:	9 Juni 2019
Jumlah Contoh	:	9
Paraf Penyelia	:	

Menyatakan bahwa contoh tersebut telah diuji di Laboratorium Energi dan Lingkungan – LPPM ITS.

Hasil Pengujian

Suhu : 26,8 °C
Kelembaban : 61 %
Analisis : KEN Rata-rata

9. RUMPO ADIF 1250



Force = 0.1 kgf
Holding = 10 detik.

NN=205 X= 0.000 Y= 0.000 HARDNESS=386.
2 D1= 32.24 D2= 29.74 HRC= 39.4
N=208 X= 0.077 Y= -0.490 HARDNESS=488.9
D1= 20.88 D2= 34.20 HRC= 48.4
N=209 X= 0.124 Y= -0.804 HARDNESS=456.4
D1= 27.88 D2= 29.13 HRC= 45.9
N=210 X= 0.919 Y= -0.804 HARDNESS=451.4
D1= 26.14 D2= 31.19 HRC= 45.5
N=212 X= 1.267 Y= 0.155 HARDNESS=278.9
D1= 37.84 D2= 35.09 HRC= 27.0

Gambar 1. Hasil uji Micro Vickers Hardness membran hasil sintering suhu 1250°C

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BIODATA PENULIS



Penulis yang dilahirkan di Tuban pada tanggal 15 Februari 1995 ini merupakan anak kedua dari dua bersaudara dari pasangan Sutrisno dan Tamsih. Nama lengkap penulis adalah Rifka Etriana tetapi biasa dipanggil Rifka atau Yana. Pendidikan yang telah ditempuh oleh penulis yaitu SD Negeri 2 Bancar, SMP Negeri 1 Bancar, SMA Negeri 2 Tuban. Pada tahun 2013, penulis resmi diterima di Departemen Kimia FMIPA ITS melalui jalur SNMPTN dengan NRP 1413100015. Penulis pernah melakukan kerja praktik di Instalasi Pengolahan Air Minum Karangpilang PDAM Kota Surabaya. Selain disibukkan dengan hal-hal akademik, semasa kuliah penulis juga aktif berorganisasi. Penulis pernah menjadi staff Departemen Dalam Negeri HIMKA ITS periode 2014/2015 dan Sekretaris Departemen Dalam Negeri HIMKA ITS periode 2015/2016. Penulis merupakan salah satu anggota grup penelitian Kimia Material dan Energi dibawah bimbingan Hamzah Fansuri, Ph.D. dan Ir. Endang Purwanti S., MT. Penulis dapat dihubungi melalui email rifkaetri@gmail.com.